

Influence de nanoparticules sur l'usinabilité et les propriétés mécaniques des matériaux composites

par

Khalid EL GHAOUI

MÉMOIRE PAR ARTICLES PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE
SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 23 AOÛT 2019

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Khalid El Ghaoui, 2019



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY
CE RAPPORT DE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Jean-François Chatelain, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme Claudiane Ouellet-Plamondon, codirectrice de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Lucas Hof, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Sébastien Lalonde, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 20 AOÛT 2019

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

En premier lieu, je tiens à remercier mon directeur et ma codirectrice de recherche, Mr Jean-François Chatelain et Mme Claudiane Ouellet-Plamondon, de m'avoir guidé durant tout le cheminement de ma maîtrise. Merci de la confiance que vous avez portée à mon égard, de votre disponibilité et votre expertise grâce auxquelles j'ai pu mener à bien ce projet de recherche. Je suis sincèrement reconnaissant pour votre soutien moral et financier et pour les opportunités que vous m'avez offertes en me confiant un sujet aussi passionnant que celui-ci.

Je remercie également les techniciens et ingénieurs de laboratoire, notamment messieurs C.D. Legault, E. Marcoux, N. Mazeghrane et S. Plamondon. Cette étude n'aurait pas été réalisable sans votre aide, merci pour votre disponibilité et pour vos précieux conseils.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers la fondation Pierre Arbour de m'avoir octroyé une bourse d'études dans le cadre de cette maîtrise. Je remercie également les entreprises Qualix (Dempsey Corp.) et NanoXplore d'avoir gracieusement fourni les additifs nécessaires à cette étude, ainsi que le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG) de l'avoir financé.

Merci à tous mes camarades et collègues à l'ÉTS d'avoir participé à une aussi bonne ambiance de travail et d'avoir été à mon écoute en proposant un œil nouveau à mes difficultés.

Mes derniers remerciements reviennent à ma famille pour m'avoir toujours encouragé. Je remercie profondément ma femme d'avoir cru en moi et d'avoir été ma source de motivation durant ces deux longues années. Enfin, je ne remerciais jamais assez mes parents de leurs sacrifices pour ma réussite académique. Merci de m'avoir toujours poussé à étudier dans cet incroyable ascenseur social qu'est l'école.

Longue vie à vous.

Influence de nanoparticules sur l'usinabilité et les propriétés mécaniques des matériaux composites FRP

Khalid EL GHAOUI

RÉSUMÉ

Les polymères renforcés de fibres (Fiber Reinforced Plastics (FRP)) connaissent actuellement un développement de plus en plus important auprès des industriels. La popularité de ces matériaux vient de leurs très bonnes propriétés mécaniques spécifiques qui permettent la fabrication de structures bien plus légères qu'avec des matériaux traditionnels tels que les métaux. Malgré la large gamme de procédés de fabrication existante pour ces matériaux, des étapes d'usinage sont toujours nécessaires à l'obtention des pièces finales. Cependant, des difficultés sans précédent sont rencontrés lors de l'usinage des matériaux composites. Ce mémoire regroupe deux études dont le but est d'évaluer la possibilité d'améliorer l'usinabilité par l'ajout d'additifs dans la matrice époxy de composites.

Dans la première étude, des polymères renforcés de fibre de carbone (CFRP) ont été fabriqués en incorporant trois charges dans la matrice : de la cire, des nanoargiles et un agent mouillant. Un total de 18 plaques différentes ont été usinées en utilisant un outil en diamant polycristallin (PCD). Dans le but de caractériser l'usinabilité, les efforts de coupe ont été mesurés à l'aide d'une table dynamométrique et les températures de coupe par le biais de thermocouples collés sur l'outil. Des tests de traction, flexion et de cisaillement interlaminaire ont également été exécutés afin de mesurer l'évolution des propriétés mécaniques. Des améliorations sur l'usinabilité sans détériorer les propriétés mécaniques ont été observées, en particulier avec une concentration de 1% de cire et 2% d'argile pour lesquelles elles étaient les plus significatives.

La seconde étude porte sur l'influence de graphène sur les polymères renforcés de fibre de verre (GFRP). Des tests d'usinage équivalents à la première étude ont été accomplis avec un outil revêtu de diamant par dépôt chimique en phase vapeur (CVD). La rugosité a été mesurée sur les surfaces obtenues et des tests de cisaillement interlaminaire ont été réalisés. Les températures et efforts de coupe ainsi que la rugosité a été considérablement baissée par l'ajout de graphène, sans corrompre l'interaction fibre/matrice.

Cette étude a permis de démontrer que l'ajout d'additifs dans les FRP est une possibilité à considérer dans l'optique d'en améliorer l'usinabilité. Cette conclusion se montre intéressante pour les industriels, étant donné que l'ajout d'additif peut réduire les coûts de fabrication en baissant l'appariation d'endommagements et en maximisant la durée de vie des outils.

Mots clés : CFRP, GFRP, Usinabilité, Propriétés mécaniques, Nanoargile, Graphène

Influence of nanoparticles on machinability and mechanical properties of FRP composite materials

Khalid EL GHAOUI

ABSTRACT

Fiber reinforced plastics (FRP) are currently experiencing an increasingly important development in industries. The popularity of these materials come from their high specific mechanical properties, which allow the fabrication of structures much lighter than with traditional materials such as metals. Although wide range of “near net shape” manufacturing processes exist for these materials, machining operations are still needed to obtain the final parts. However, unprecedented difficulties are encountered during FRP machining. This thesis gathers two studies which aim to evaluate the possibility of improving machinability by adding fillers into the matrix.

In the first study, carbon fiber reinforced polymers (CFRP) were made by incorporating three fillers into the matrix: wax, nanoclay and a wetting agent. A total of 18 different laminates were machined using a polycrystalline diamond (PCD). In order to characterize the machinability, cutting forces were measured through a dynamometer table and cutting temperatures by thermocouple bonded on the tool. Tensile, flexural and interlaminar shear tests were also performed to inspect the evolution of mechanical properties. Improvement on machinability without deteriorating the mechanical properties were observed, especially with a concentration of 1wt% wax and 2wt% clay where they were the most significant.

The second study considers the influence of graphene on glass fiber reinforced polymers (GFRP). Machining tests similar to first study were carried out with a diamond coated tool by chemical vapor deposition (CVD). Roughness was measured on the machined surfaces and interlaminar shear tests executed. Cutting temperatures and forces as well as the roughness were greatly decreased by the addition of graphene, without corrupting the fiber/matrix interaction.

This study allowed to demonstrate that addition of additives in FRP is a possibility to be considered in order to improve its machinability. This conclusion turns out to be interesting for the manufacturers, given that addition of additives can reduces the manufacturing costs by reducing the damages occurrence and by maximizing the tool lives.

Keywords: GFRP, CFRP, Machinability, Mechanical properties, Nanoclay, Graphene

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	5
1.1 Matériaux composites	5
1.1.1 Présentation.....	5
1.1.2 Matrices.....	7
1.1.3 Renforts.....	8
1.1.3.1 Fibre de carbone.....	10
1.1.3.2 Fibre de verre	11
1.1.4 Procédés de fabrication	12
1.1.5 Intérêts et contexte industriels	14
1.2 Usinage des FRP	15
1.2.1 Mécanismes d'usinage.....	16
1.2.2 Endommagements du matériau.....	21
1.2.2.1 Endommagements mécaniques.....	21
1.2.2.2 Endommagements thermiques.....	23
1.2.3 Outillages.....	25
1.2.3.1 Matériaux et géométries de coupe	25
1.2.3.2 Usure d'outil	27
1.3 Charges	29
1.3.1 Argile	30
1.3.2 Cire d'hydrocarbures	35
1.3.3 Graphène.....	36
1.4 Résumé.....	38
CHAPITRE 2 EFFECTS OF NANO ORGANOCCLAY AND WAX ON THE MACHINING TEMPERATURES AND MECHANICAL PROPERTIES OF CARBON FIBER REINFORCED PLASTICS (CFRP)	39
2.1 Introduction.....	40
2.2 Methodology	42
2.2.1 Materials preparation	42
2.2.2 Machining tests	45
2.2.3 Mechanical tests.....	48
2.2.4 Constituent content tests	50
2.3 Results and discussion	51
2.3.1 Fiber volume fraction.....	51
2.3.2 Mechanical properties.....	52
2.3.3 Machinability	57
2.4 Conclusion	61

CHAPITRE 3	EFFECT OF GRAPHENE ON MACHINABILITY OF GLASS FIBER REINFORCED POLYMER (GFRP).....	63
3.1	Introduction.....	64
3.2	Methodology.....	67
3.2.1	Materials preparation	67
3.2.2	Machining tests	68
3.2.3	Roughness measurement.....	71
3.2.4	Short-beam tests.....	72
3.3	Results and discussion	73
3.3.1	Cutting forces.....	73
3.3.2	Roughness	75
3.3.3	Cutting temperatures	77
3.3.4	Interlaminar shear strength	79
3.4	Conclusion	80
	CONCLUSION.....	83
	RECOMMANDATIONS	85
ANNEXE I	VALIDATION DE LA PROCÉDURE DE PYROLYSE	87
	LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	91

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Influences de nano argiles sur les propriétés mécaniques33
Table 2.1	Fillers and concentrations43
Table 2.2	Tool specifications47
Table 3.1	Tool and cutting parameters.....71
Table 3.2	Profilometer settings72

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1 Comparaisons des propriétés mécaniques spécifiques des matériaux courants	6
Figure 1.2 Définition d'un laminé	7
Figure 1.3 Procédé de fabrication des fibres de carbone.....	11
Figure 1.4 Procédé de moulage contact.....	13
Figure 1.5 Procédé d'infusion.....	14
Figure 1.6 Demande mondiale de CFRP (* estimations).....	15
Figure 1.7 Détournage d'un FRP	16
Figure 1.8 Mécanismes de coupe des FRP.....	18
Figure 1.9 Mécanisme de coupe en avalant (a) et en opposition (b).....	19
Figure 1.10 Délamination suivant différentes orientations	22
Figure 1.11 Arrachement de fibre et fissuration.....	22
Figure 1.12 Endommagements mécaniques présents uniquement sur les plis à -45° ...	23
Figure 1.13 Fumée et matrice brûlée durant l'usinage des CFRP	24
Figure 1.14 Effets thermiques sur la résistance en traction de CFRP	25
Figure 1.15 Influence des paramètres de coupe sur l'usure d'un outil CVD.....	28
Figure 1.16 Intégrité de surface suivant une usure croissante de l'outil	29
Figure 1.17 Différentes structures de nanocomposites argile/polymère	32
Figure 1.18 Rupture adhésive sans argile (a) et cohésive avec présence d'argile (b)....	34
Figure 1.19 Structure du graphite et du graphène	36
Figure 2.1 Resin modification process: mixing (a), sonicating (b) and degassing (c)	44

Figure 2.2	Fabrication of CFRP by VARTM.....	45
Figure 2.3	Vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) process	44
Figure 2.4	Machining setup.....	46
Figure 2.5	Thermocouples equipped PCD tool	47
Figure 2.6	Fiber volume fraction.....	52
Figure 2.7	Maximal flexural stress changes with fillers without and with wetting agent (WA).....	54
Figure 2.8	Flexural modulus of elasticity changes with fillers without and with wetting agent (WA).....	54
Figure 2.9	Interlaminar shear strength changes with and without wetting agent (WA).....	55
Figure 2.10	Tensile stress and modulus of elasticity (1% WA).....	56
Figure 2.11	Correlation between flexural and tensile modulus of elasticity	57
Figure 2.12	Cutting forces changes with fillers without (a,b) and with (c,d) wetting agent (WA).....	58
Figure 2.13	Typical tool temperature while cutting	59
Figure 2.14	Maximal temperatures changes with fillers without and with wetting agent (WA).....	60
Figure 2.15	Correlation between temperatures and forces.....	61
Figure 3.1	Plaques with net epoxy (left) and 1%wt graphene addition to epoxy (right)	68
Figure 3.2	GFRP machining setup	70
Figure 3.3	Running order of the machining sequences	69
Figure 3.4	Equipped tool	71
Figure 3.5	Short-beam tests and specimens	73
Figure 3.6	Forces signals.....	74
Figure 3.7	Cutting forces.....	75

Figure 3.8	Roughness	76
Figure 3.9	Micrograph of machined surface of GFRP with (top) and without (bottom) graphene	76
Figure 3.10	Cutting temperature curves	77
Figure 3.11	Maximal cutting temperatures	78
Figure 3.12	Interlaminar shear strength (ILSS).....	80

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

CFRP	Carbon Fiber Reinforced Plastic Polymère renforcé de fibres de carbone
CVD	Chemical Vapor Deposition Dépôt chimique en phase vapeur
FRP	Fiber Reinforced Plastic Polymère renforcée de fibres
GFRP	Glass Fiber Reinforced Plastic Polymère renforcé de fibre de verre
HM	Haut module
ILSS	InterLaminar Shear Strength Résistance en cisaillement interlaminaire
MEB	Microscope Electronique à Balayage
PAN	PolyAcryloNitrile
PCD	PolyCrystalline Diamond Diamant Polycristallin
PE	PolyÉthylène
VARTM	Vacuum Assisted Resin Transfer Molding Moulage par transfert de résine sous vide
WA	Wetting Agent Agent mouillant
PTFE	PolyTétraFluoroÉthylène

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

ε	Déformation
θ	Angle d'orientation des fibres par rapports à l'avance de coupe (°)
ρ_c	Masse volumique du composite (g/cm ³)
σ_c	Contrainte maximale en compression (MPa)
σ_f	Contrainte maximale en flexion (MPa)
σ_t	Contrainte maximale en traction (MPa)
A	Aire de la section (mm ²)
b	Largeur (mm)
E _c	Module de Young en compression (GPa)
E _f	Module de Young en flexion (GPa)
E _t	Module de Young en traction (GPa)
f	Avance (mm/tr)
F _{max}	Force maximale (N)
h	Epaisseur (mm)
ILSS	Contrainte au cisaillement interlaminaire (MPa)
M	Masse (g)
Ra	Rugosité arithmétique (μm)
V _c	Vitesse de coupe (m/min)
V _f	Taux volumique de fibre (%)

INTRODUCTION

Les matériaux composites à matrices organiques, tels que les CFRP (Carbon fiber reinforced plastic) et les GFRP (Glass fiber reinforced plastic), sont de plus en plus prisés dans l'industrie. Ces matériaux novateurs présentent une bonne stabilité chimique et de très bonnes propriétés mécaniques tout en ayant une faible densité. C'est par leur capacité à permettre l'obtention de structures plus légères, que ces matériaux ont développé leur popularité. En effet, un gain de poids mène à de meilleures performances et à des réductions énergétiques considérables et indispensables aux enjeux économiques et écologiques actuels. Bien que de nombreuses méthodes de fabrication ont été développées et sont maintenant bien maîtrisées des industriels, des opérations d'usinage restent tout de même indispensables dans les processus de fabrication. Il s'agit principalement d'opérations telles que le perçage et le détournage, qui permettent la découpe et l'assemblage des pièces.

L'usinage des composites est cependant problématique. En raison de la nature hétérogène et anisotrope de ces matériaux, de nombreuses difficultés inédites sont rencontrées. Le mécanisme de coupe se trouve être très dépendant de l'orientation des fibres et certaines plages d'orientation se montrent être indésirables (X. M. Wang & Zhang, 2003). Des endommagements tels que la délamination, l'arrachage de fibres ou encore la fissuration de la matrice sont causés au matériau. Elles ont pour conséquence une mauvaise intégrité de surface et la création de faiblesse au niveau mécanique. La chaleur générée par la friction de l'outil peut entraîner par ailleurs un endommagement au niveau thermique. Étant donné que la matrice polymérique est peu résistante aux hautes températures, celle-ci peut se dégrader aux abords de la surface coupée et mener à des ruptures précoces. De plus, en raison du caractère abrasif des fibres, les outils montrent des usures excessivement prématurées pour répondre aux exigences de productivité des industriels. Malgré leur coût excessivement important, les seuls outils viables pour ce type d'application ont des durées de vies de seulement quelques dizaines de minutes. (Azmi, Lin, & Bhattacharyya, 2013)

Les polymères sont couramment fonctionnalisés par l'ajout d'additifs. De nombreux types d'additifs existent, permettant l'amélioration de propriétés bien ciblées notamment au niveau mécanique, physique et chimique. De nombreuses études proposent des solutions pour améliorer l'usinabilité des composites en modifiant les outils ou les paramètres de coupe. Cependant, l'utilisation d'additifs n'a pas été proposée ni étudiée, alors que certains d'entre eux pourraient avoir un potentiel intéressant.

L'objectif principal de cette étude est d'étudier la viabilité de l'emploi d'additifs dans l'amélioration de l'usinabilité des composites à matrice organique. Pour y parvenir, une division en sous-objectifs est nécessaire :

- Tester des additifs potentiellement intéressants (argiles organophiles, cire et graphène) et développer une méthodologie pour les intégrer dans les matériaux;
- Examiner les éventuelles améliorations apportées au niveau de l'usinabilité;
- Vérifier que les matériaux obtenus présentent toujours des propriétés mécaniques désirables.

Le premier chapitre initie ce mémoire par une revue de littérature traitant l'état de l'art actuel des connaissances. Plusieurs sujets y sont traités, à savoir les généralités des matériaux composites, leur comportement à l'usinage et les potentiels de certains additifs. Les deux chapitres qui suivent sont présentés sous forme d'articles et exposent deux sujets. Le chapitre deux présente un prolongement de l'étude de Kuate-Togue (2019) avec un premier article qui propose l'étude des effets d'argile et de cire sur l'usinabilité et les propriétés mécaniques des CFRP. Ce second chapitre décrit les méthodes qui ont mené à la fabrication de plaques de CFRP dont la matrice est chargée de cire et d'argile ainsi que les tests d'usinage et mécaniques qui ont été exécutés. Il se termine avec l'interprétation des résultats obtenus. Enfin, le chapitre trois traite l'influence du graphène sur l'usinabilité du GFRP. S'agissant d'une étude préliminaire, cette étude s'est portée sur un GFRP dans un souci de simplicité et d'économie. Similairement au second chapitre, les méthodes y sont développées et les résultats expliqués.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

Ce premier chapitre présente un état de l'art concernant les sujets relatifs aux objectifs de l'étude. Les généralités sur les composites sont d'abord traitées, avant d'entrer plus en détails sur l'aspect de l'usinage de ces matériaux. Enfin, des informations concernant les trois additifs utilisés dans cette étude seront données.

1.1 Matériaux composites

Par définition, un matériau composite est un matériau composé de deux constituants distincts ou plus. Il existe trois grandes familles de composites, classées selon leur type de matrice : métallique, céramique et organique. Cette dernière famille, couramment appelée FRP (Fiber Reinforced Plastic), représente la quasi-totalité du marché actuel. Cette famille est ensuite divisée en sous familles dépendamment du type de fibre utilisée. Par la suite, cette étude se limitera à ce type de composite, plus précisément aux CFRP (Carbon fiber reinforced plastic) et aux GFRP (Glass fiber reinforced plastic). Dans cette partie, le sujet des FRP sera détaillé en insistant sur leurs constituants, leurs particularités et leurs intérêts.

1.1.1 Présentation

Habituellement, les FRP se composent de deux phases; les renforts et la matrice. Les renforts sont sous la forme de fibre de diamètre micrométrique. La matrice est polymérique et est classée en deux catégories : thermodurcissable et thermoplastique.

L'intérêt principal des composites est d'allier des matériaux différents dans le but d'en obtenir un nouveau. Ce nouveau matériau tire à profit les avantages d'une de ses phases pour combler les défauts de l'autre. Ainsi, le composite possède des propriétés supérieures à celles possibles avec uniquement l'un des constituants. D'une manière générale, les propriétés mécaniques sont fortement dépendantes du renfort, alors que la matrice influe de manière

plus significative sur les propriétés physiques et chimiques (Chatain, 2001). L'association des deux phases permet d'obtenir des matériaux aux caractéristiques extrêmement intéressantes. Par exemple, les composites haute performance permettent d'obtenir des rigidités et des résistances comparables à celle des aciers tout en ayant des densités bien plus faibles. La Figure 1.1 compare les propriétés mécaniques spécifiques de différents types de matériaux. À poids égale les CFRP montrent des résistances et des raideurs bien supérieures à celles des matériaux communs tels que les métaux et les polymères.

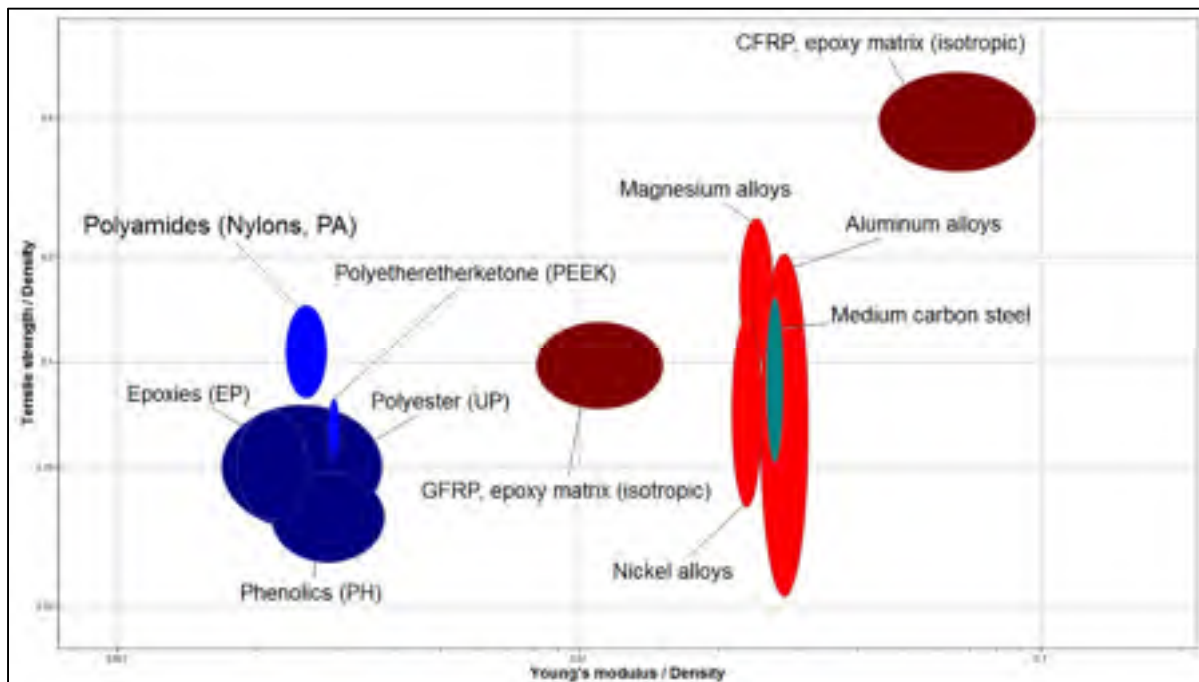


Figure 1.1 Comparaisons des propriétés mécaniques spécifiques des matériaux courants
Tirée de Granta-Design (2018)

Comme illustré à la Figure 1.2, ces matériaux sont composés d'une ou plusieurs couches, les plis, et dont l'empilement est appelé stratifié ou encore laminé. L'orientation des fibres varie d'un pli à l'autre, en fonction de l'anisotropie désirée. On parle d'un stratifié unidirectionnel lorsque tous les plis présentent la même orientation.

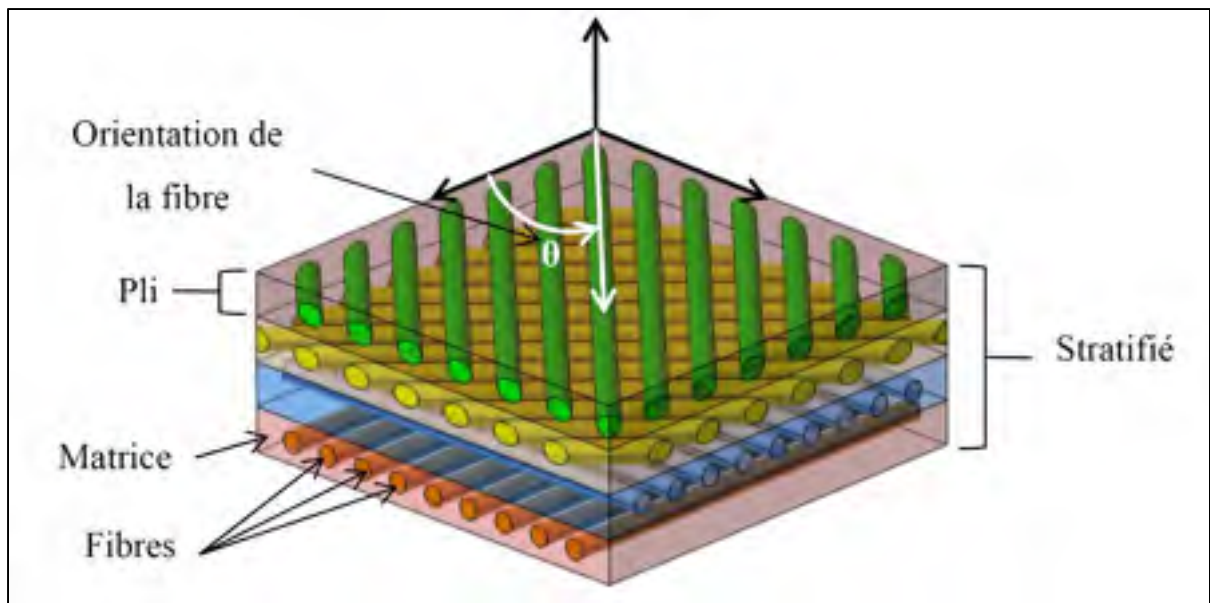


Figure 1.2 Définition d'un laminé
Tirée de Delahaigue (2015)

Les composites sont particulièrement prisés pour leur adaptabilité. En effet, il existe un grand nombre de combinaisons fibre/matrice possibles, ainsi qu'une infinité d'orientations permettant de concevoir le matériau le plus approprié au besoin, ce qui en soi, représente une révolution dans les structures hautes performances (Swanson, 1997). Ces matériaux sont également très prisés en raison de la multitude de procédés de fabrication envisageables, permettant d'obtenir les pièces directement aux géométries « near net shape » finales et ainsi de minimiser les étapes de fabrication. Leur très bonne résistance à la fatigue et à la corrosion sont également appréciées (Chatain, 2001).

1.1.2 Matrices

Il existe deux types de matrices dans les FRP : les thermodurcissables (tels que les polyesters, les vinylesters, les époxydes, les phénoliques) et les thermoplastiques (tels que les polysulfures de phénylène, les polyamides, les polyétheréthercétones). La seconde catégorie diffère de la première par sa capacité à pouvoir être formée à nouveau, alors que les thermodurcissables s'élaborent en suivant une solidification irréversible. En effet, leur

structure réticulée empêche la mobilité des molécules. Ainsi, un apport de chaleur amène à une décomposition à défaut d'une fusion (Peinado, 1986). Les thermodurcissables sont tout de même les polymères les plus utilisés dans le cadre des composites, notamment pour leurs propriétés mécaniques et leur adaptabilité aux procédés de mise en œuvre.

Les époxydes, qui font l'objet de la présente étude, sont particulièrement utilisés pour des applications structurales de performance, tels que dans les secteurs de l'aéronautique et du sport. Ces derniers proposent d'excellentes propriétés mécaniques et thermiques ainsi qu'une très bonne adhésion avec le renfort. La disponibilité d'une large gamme de résine époxy facilite la mise en œuvre et permet l'utilisation de différents procédés de fabrication (Bathias & Wolff, 2005; Jang, 1994).

Le choix de la matrice est important, celle-ci doit avant tout être compatible avec le renfort choisi et en assurer une bonne adhésion. En effet, l'interface fibre/matrice joue un rôle clé dans la transmission des contraintes entre les deux phases et donc influe directement les propriétés mécaniques. Le test de cisaillement interlaminaire est un des tests permettant de caractériser cette interaction (Bergeret & Krawczak, 2006). La matrice régit également les propriétés physiques du composite obtenu, telles que la stabilité thermique et chimique (Bathias & Wolff, 2005).

1.1.3 Renforts

Quant à eux, les renforts jouent un rôle plus qu'important sur le matériau final. Très particulièrement sur les propriétés mécaniques. En effet, le comportement mécanique des matériaux composites est dépendant de la direction des efforts par rapport à la direction des fibres. Cette anisotropie est apportée par l'hétérogénéité du matériau. Étant donné que les propriétés mécaniques intrinsèques du renfort sont très supérieures à celles de la matrice, une bien meilleure résistance est observée dans le sens des fibres que dans le sens perpendiculaire à celles-ci (Swanson, 1997).

Les taux de constituants sont également des paramètres qui portent une importance sur les propriétés finales du matériau. Le renfort est responsable de la quasi-totalité des propriétés mécaniques. Ainsi, plus la part en fibres est grande, plus le matériau est résistant. Des taux de fibres importants vont donc être recherchés, en particulier pour les applications de performances (Swanson, 1997). Concrètement, des taux volumiques de fibre (v_f) de l'ordre de 65%, sont atteints. Ce paramètre est en réalité très dépendant du procédé de fabrication. En effet, chaque méthodologie permet d'obtenir un taux plus ou moins important et avec une répétabilité plus ou moins bonne (Berbain & Chevalier, 1997). Les composites sont aussi susceptibles de comporter des vides; de petites cavités incorporées et piégées durant la mise en œuvre. En revanche, ces cavités sont néfastes pour les propriétés mécaniques et sont à éviter. En plus de réduire la section, les vides peuvent causer des concentrations de contraintes, ou encore interférer dans la liaison fibre/matrice et ainsi réduire les performances (Yang, Zhan, Jiang, Zhao, & Guan, 2018).

Une multitude de types de fibres sont utilisées dans les FRP, aussi bien d'origine naturelle qu'artificielle dont les diamètres sont généralement inférieurs à dix microns. Les fibres de verre sont de loin les plus utilisées, suivies par les fibres de carbone et d'aramide (plus connues sous les noms commerciaux Kevlar® ou Twaron®). Les propriétés mécaniques et chimiques de ces fibres artificielles sont très appréciées et permettent d'obtenir des composites aux propriétés très intéressantes (Caramaro, 2005). Plus récemment, des renforts d'origine naturelle ont connu un essor important, tel que les fibres de lin, de chanvre ou de coton. En plus de l'enjeu écologique qu'elles apportent, leur coût est relativement faible étant donnée l'abondance de la matière première (Joshi, Drzal, Mohanty, & Arora, 2004). Bien que leurs propriétés mécaniques soient plus faibles, ces fibres rivalisent avec les GFRP (Glass Fiber Reinforced Plastic) pour des applications non structurales (Caramaro, 2005; Delahaigue, 2015).

Dépendamment des applications et des procédés de fabrication souhaités, des renforts de différentes formes et dimensions sont commercialisés. Pour contrer l'anisotropie dans le plan, il existe des tissages suivant différentes directions et des mats dont l'arrangement des

fibres est aléatoire. Bien que les plis unidirectionnels soient les plus couramment utilisés, les fibres peuvent également être discontinues et de longueur variée, permettant de faciliter certains procédés (Berthereau & Dallies, 2008).

1.1.3.1 Fibre de carbone

Parmi la multitude de renforts existants, la fibre de carbone est sûrement la plus impressionnante. En effet, celle-ci présente une résistance et une raideur extrêmement élevée tout en ayant une faible densité. C'est ce qui explique l'engouement autour de cette technologie depuis le début de sa commercialisation dans les années 1970. La fibre de carbone est la seconde fibre la plus utilisée après le verre. Ses propriétés mécaniques hors-normes en font une fibre largement employée dans les secteurs d'activités nécessitant des matériaux hautes performances, tel que dans l'aéronautique, les sports et les loisirs (Swanson, 1997). La forte résistance de ces fibres s'explique notamment par les liaisons covalentes carbone-carbone qui la composent, cette liaison étant l'une des plus fortes connue.

Deux précurseurs sont principalement utilisés pour la fabrication de fibre de carbone, le PAN (polyacrylonitrile) et le brai de mésophase (un résidu de l'industrie pétrolière). Les fibres de carbone ex-PAN sont néanmoins les plus courantes, celles-ci sont plus faciles à produire et de meilleure qualité. Les filaments de PAN sont fabriqués antérieurement par des procédés similaires à ceux des filaments à usage textile. Tel qu'illustré à la Figure 1.3, quatre ou cinq étapes sont nécessaires à la transformation du précurseur en fibre de carbone. Le procédé débute par une étape d'oxydation, indispensable à l'étape de carbonisation qui suit. Il s'agit de l'étape clé du procédé, à ce stade une proportion de 90% à 97% de carbone compose la fibre. La carbonisation peut être suivie d'une étape de graphitisation, dépendamment du type de fibre souhaité. En effet, la graphitisation permet d'obtenir un taux de carbone proche de 99%, caractéristique des fibres hauts modules (HM). Les températures et durées de traitement de ces étapes jouent un rôle sur les propriétés finales du produit, ainsi une gamme large de fibre de carbone peut être obtenue. Une fois le précurseur transformé, des opérations de traitement de surface et d'ensimage viennent conclure le procédé. Leur but étant de favoriser

l'interaction et la cohésion avec la matrice (Caramaro, 2005; Dupupet, 2008). Les fibres produites sont ensuite tissées ou bobinées, dépendamment de l'application désirée.

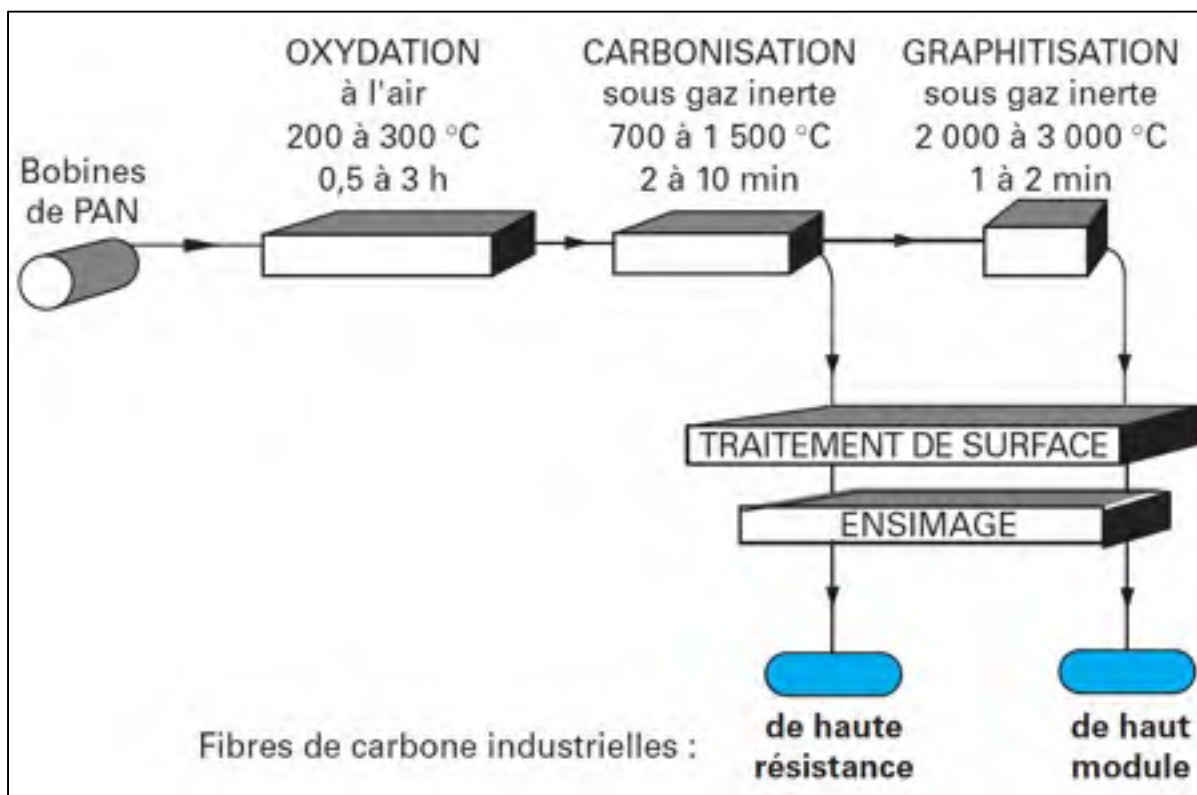


Figure 1.3 Procédé de fabrication des fibres de carbone
Tirée de Dupupet (2008)

1.1.3.2 Fibre de verre

Son faible coût associé à ses bonnes propriétés mécaniques et sa bonne stabilité physique font de la fibre de verre la fibre la plus utilisée dans le marché des matériaux composites. Concrètement, cette fibre représente 99 % des renforts utilisés dans le secteur des FRP (Bathias & Wolff, 2005).

Les fibres de verre sont fabriquées directement à partir de verre en fusion passant par des filières de quelques millimètres de diamètre avant d'être étirées. L'étirage représente l'étape la plus importante du procédé, elle permet d'abord aux fibres d'atteindre leur diamètre final

(de quelques microns), mais surtout d'en augmenter la résistance. En effet, c'est l'étirage qui permet au verre d'être plus résistant que dans sa forme massive, notamment en orientant les défauts le long de la fibre (Bathias & Wolff, 2005). Comme pour le carbone, une fois la fibre produite, des étapes de traitement de surface et d'ensimage viennent compléter le procédé.

Une large gamme de fibre est produite dépendamment de la composition du verre. Principalement composée de silice (SiO_2), d'autres éléments tels que des oxydes de calcium, des alumines ou encore des oxydes de magnésium sont utilisés. En fonction de la proportion de ces éléments, différents types de verre sont obtenus. Le verre-E ($\sim 55\% \text{SiO}_2$, $20\% \text{CaO}$, $10\% \text{Al}_2\text{O}_3$) est le plus utilisé, notamment pour son faible coût, alors que le verre-R ($\sim 60\% \text{SiO}_2$, $25\% \text{Al}_2\text{O}_3$, $10\% \text{CaO}$), plus cher, donne de meilleures propriétés mécaniques, thermiques et chimiques. D'autres types de verres sont également disponibles proposant des propriétés spécifiques à des applications particulières (Berthureau & Dallies, 2008).

Les GFRP sont appréciés dans de nombreux secteurs. En effet, ces fibres s'adaptent à de nombreux procédés et permettent la fabrication de pièces structurelles à moindre coût, tout en proposant de bonnes propriétés mécaniques et une bonne stabilité chimique telle qu'une excellente résistance à l'oxydation. Les GFRP sont notamment utilisés dans des applications tels que l'éolien, l'automobile ou encore la construction navale. (Berthureau & Dallies, 2008; Caramaro, 2005)

1.1.4 Procédés de fabrication

Les composites à matrices organiques s'ouvrent à une très large gamme de procédés de fabrication, dépendamment de la qualité désirée, des moyens à disposition, de la géométrie de la pièce, de la série et du type de polymère utilisé. Ceux-ci sont très bien maîtrisés des industriels et permettent d'obtenir en une étape des pièces aux dimensions et formes finales souhaitées (Berbain & Chevalier, 1997). Dans cette étude, deux procédés seront employés pour la réalisation des échantillons; le moulage contact et l'infusion.

Le moulage contact est l'un des premiers procédés historiquement utilisé dans le cadre des FRP et est illustré à la Figure 1.4. Le principe consiste à déposer successivement renfort et couche de résine sur un moule ouvert. À chaque pli déposé, le renfort est imprégné de la résine à l'aide d'un rouleau ou d'un pinceau. La pièce est ensuite mise sous vide dans son moule moyennant un sac plastique afin d'extraire l'excédent de résine, puis démoulée une fois la réticulation terminée. D'une grande simplicité, il ne requiert que peu d'équipement, convient à toutes tailles de pièces et est couramment employé pour de petites séries. Toutefois, la qualité et la répétabilité permises par cette méthode sont très dépendantes du facteur humain (Berbain & Chevalier, 1997; Rydarowski & Koziol, 2015).

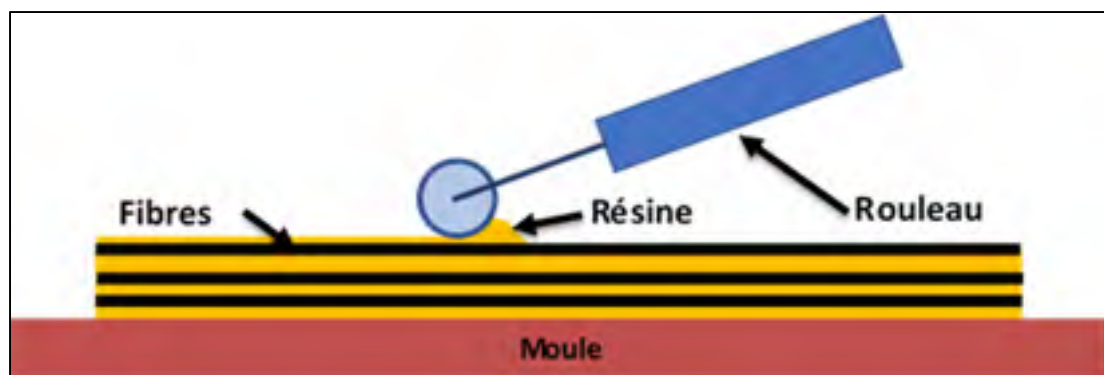


Figure 1.4 Procédé de moulage contact

Le moulage par transfert de résine sous vide (VARTM), aussi couramment appelé infusion est un procédé plus avancé que le moulage contact. Comme illustré à la Figure 1.5, les renforts secs sont positionnés sur le moule sur lequel est placée une entrée de résine. Le montage est fermé hermétiquement et le vide est appliqué au côté opposé à l'arrivée de résine. Celle-ci est alors aspirée et migre d'abord en surface au niveau du médium d'infusion puis imprègne le renfort à travers l'épaisseur (Grimsley, Cano, & Loos, 2006). La différence de pression avec l'atmosphère compresse les renforts entre le sac et le moule et permet d'obtenir des taux de fibre relativement élevés. Une meilleure répétabilité est également obtenue, étant donné une faible présence du facteur humain (Rydarowski & Koziol, 2015; Sharma & Siginer, 2010). Ce procédé est très adapté aux moyennes séries et est principalement utilisé pour des applications marines et industrielles. Il nécessite qu'un faible

investissement, est exploitable suivant différentes géométries et protège les opérateurs de l'exposition aux vapeurs nocives (Berbain & Chevalier, 1997; Loos, 2001).

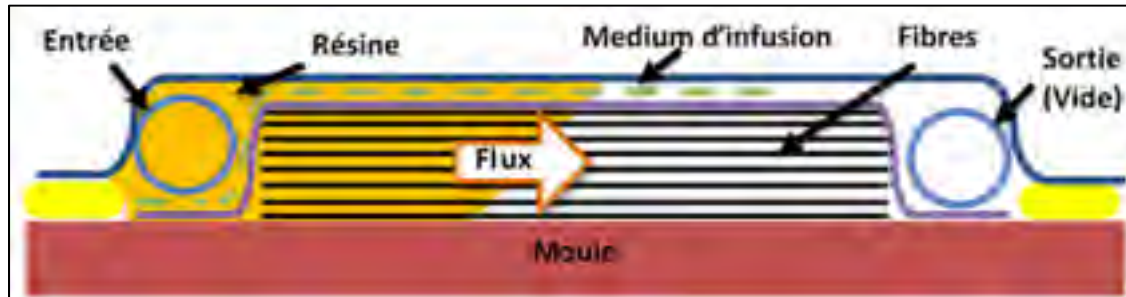


Figure 1.5 Procédé d'infusion

1.1.5 Intérêts et contexte industriels

Une tendance à remplacer les métaux par des composites est actuellement observée. Particulièrement par les CFRP qui démontrent des propriétés mécaniques spécifiques supérieures et permettent un gain de masse très significatif. Des structures plus légères sont particulièrement recherchées dans le domaine du transport et des sports où elles mènent à des charges utiles et des vitesses supérieures et permettent une consommation d'énergie moindre (Bathias & Wolff, 2005). Ils sont ainsi de plus en plus utilisés dans nombre de secteurs, par exemple le secteur aéronautique où les CFRP représentent aujourd'hui plus de 50% de la structure des avions de dernière génération, tels que l'Airbus A350 et le Boeing 787 (Bouvet, 2017).

La croissance des composites ne s'explique pas uniquement par leur capacité de réduction de masse, mais également par leur caractère de matériau révolutionnaire. En effet, leurs possibilités de mise en forme sont très variées et permettent de minimiser les étapes de fabrication. Comparativement aux métaux, le nombre de pièces des structures est réduit et l'assemblage facilité (Bathias & Wolff, 2005).

Bien que les composites se soient relativement bien développés ces dernières années, leur croissance n'est pas encore terminée. Les études de marché s'accordent quant aux CFRP et prévoient de fortes augmentations de la demande durant la prochaine décennie (Figure 1.6).

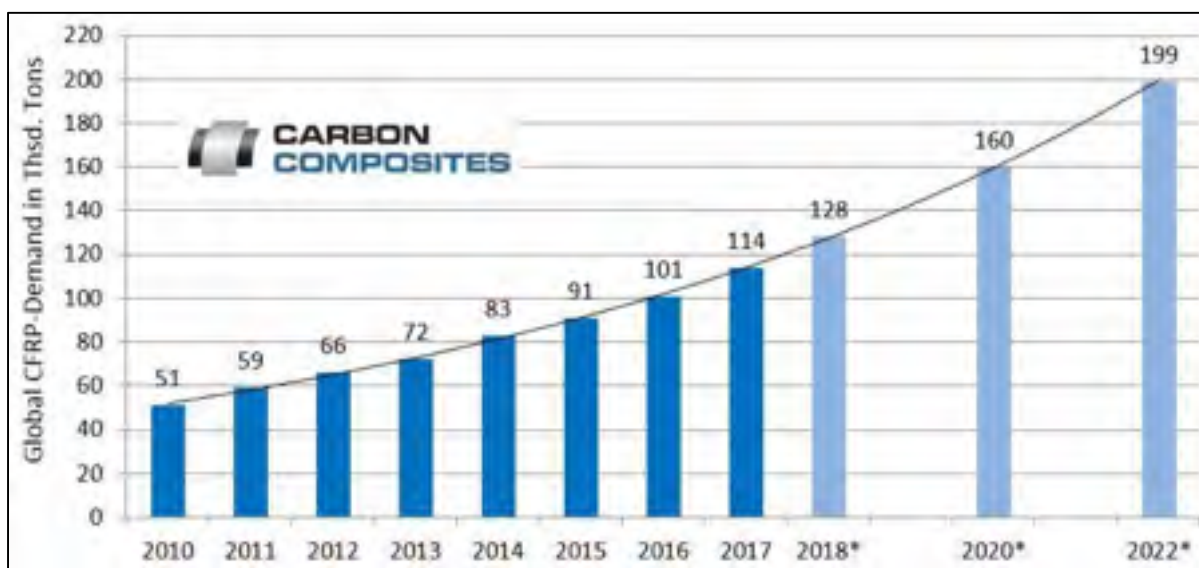


Figure 1.6 Demande mondiale de CFRP (* estimations)
Tirée de Sauer et Kuhner (2018)

1.2 Usinage des FRP

Malgré le fait que les procédés de fabrication des FRP mènent directement à la production de pièce aux formes finales, quelques étapes d'usinage restent tout de même indispensables. Il s'agit principalement d'étapes telles que le perçage et le détourage dont les buts sont de permettre l'assemblage des pièces (Le Borgne & Chalet, 2007). Contrairement à l'usinage des métaux, celui des FRP reste encore mal maîtrisé et pose de nouvelles problématiques propres à ces matériaux. Les mécanismes d'usinage sont encore mal compris et dépendent de beaucoup de paramètres spécifiques tels que l'orientation des fibres. En effet, le caractère hétérogène des composites génère une très forte anisotropie. Dépendamment de l'orientation des fibres, les propriétés mécaniques sont très différentes : très résistant dans le sens des renforts, le matériau devient très fragile perpendiculairement à celles-ci. De plus, le caractère abrasif des fibres cause une usure prématurée des outils menant à de sérieux

endommagements aussi bien au niveau de l'intégrité de surface qu'au niveau mécanique. La Figure 1.7 décrit le vocabulaire et les paramètres associés au détourage des FRP.

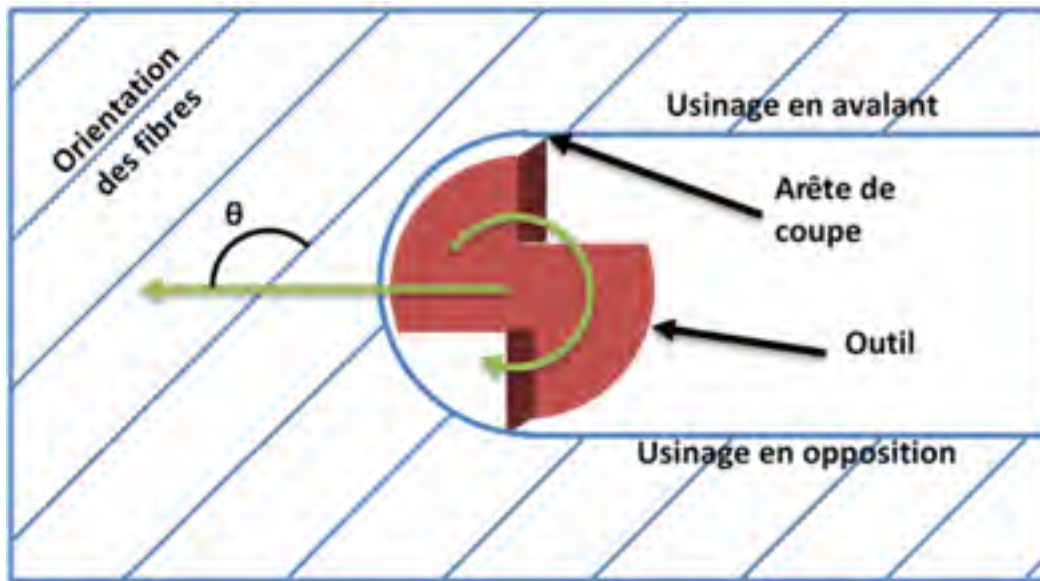


Figure 1.7 Détourage d'un FRP

1.2.1 Mécanismes d'usinage

L'usinabilité d'un couple outil/matière se caractérise et se comprend généralement par son mécanisme de formation du copeau. Beaucoup de connaissances ont été acquises avec les métaux, cependant ces connaissances ne sont pas applicables dans notre situation. Dans le cas des FRP, le mécanisme de formation du copeau est particulier et très différent. Le caractère hétérogène augmente la complexité du procédé et est la cause principale des difficultés rencontrées avec les matériaux composites. En effet, durant la coupe, l'outil rencontre matrice et fibre de manière alternée alors que chacune de ces deux phases a des propriétés distinctes. De plus, la séparation du copeau se fait par rupture fragile et non pas par déformation élastoplastique, ce qui mène à de grandes différences sur les effets du copeau et sur les mécanismes de coupe (Xu, Li, Dang, El Mansori, & Ren, 2018). Ces phénomènes causent un mécanisme de séparation du copeau très particulier et très dépendant de l'orientation des fibres. La Figure 1.8 illustre les différents mécanismes rencontrés :

- $\theta = 0^\circ$: La séparation du copeau commence par une décohésion au niveau de l'interface fibre/matrice à proximité de l'arête de coupe. Un fléchissement des fibres est induit par l'outil et est poursuivi jusqu'à la rupture. Les copeaux formés sont ainsi d'une plus grande taille (D. H. Wang, Ramulu, & Arola, 1995; Xu & El Mansori, 2017).
- $0^\circ < \theta < 90^\circ$: L'outil pousse la fibre vers l'intérieur de la pièce, qui se retrouve être bien maintenue et ne fléchit pas. L'outil crée également un léger effort de tension au sein et dans le sens de la fibre, facilitant ainsi la rupture. La séparation du copeau survient par rupture fragile à proximité de l'arête de coupe (D. H. Wang et al., 1995; X. M. Wang & Zhang, 2003; Xu & El Mansori, 2017).
- $\theta \geq 90^\circ$: À l'inverse du second cas, l'outil pousse la fibre vers l'extérieur de la pièce. Très peu de matière permet de maintenir la fibre qui a tendance à fléchir. Celle-ci est de plus soumise à un effort de compression le long de son axe qui entrave la rupture. Ces efforts induisent du cisaillement et provoquent une décohésion des fibres à la matrice. Celle-ci se propage le long de l'interface jusqu'à la séparation du copeau par rupture des fibres par fléchissement (D. H. Wang et al., 1995; X. M. Wang & Zhang, 2003; Xu & El Mansori, 2017). La propagation de la décohésion dans la matière, due à la compression induite par l'outil, génère de considérables endommagements sous la surface tels que l'arrachement de fibres et des fissurations (C. Wang, Ming, An, & Chen, 2017).

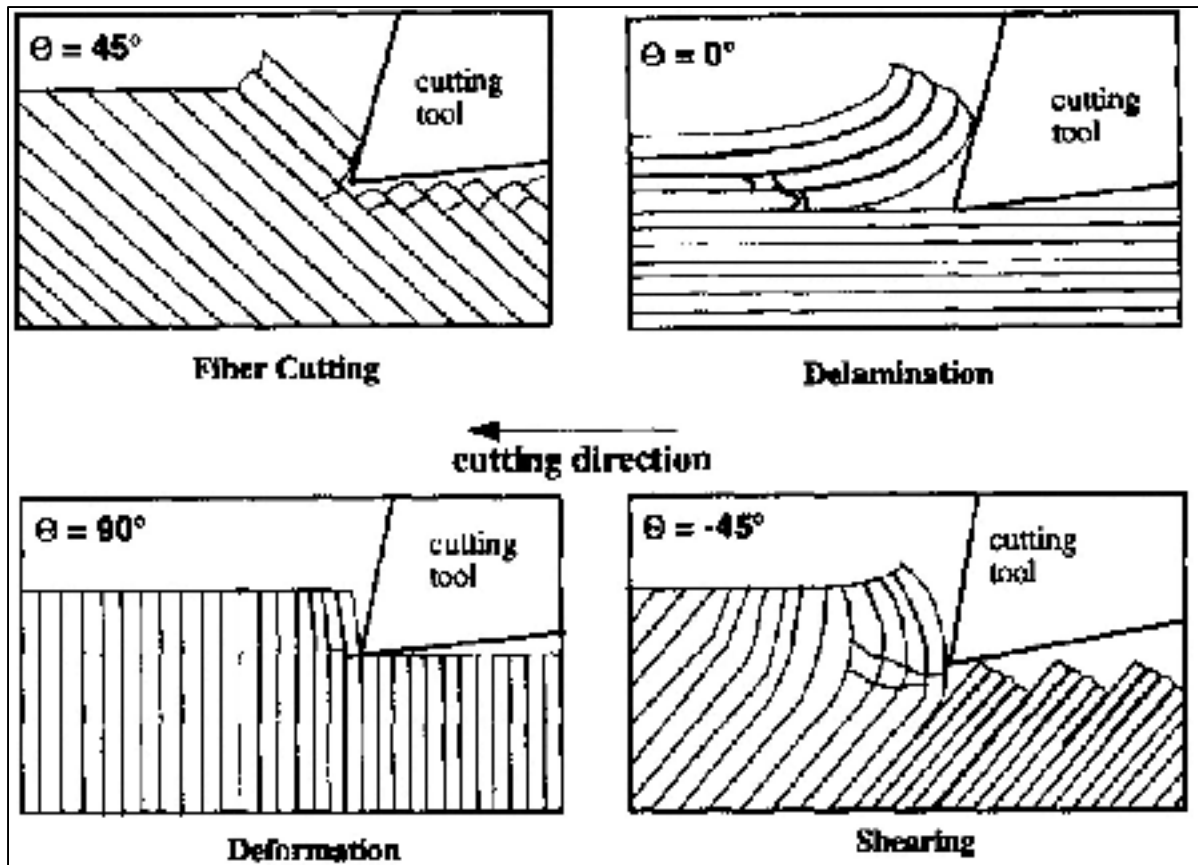


Figure 1.8 Mécanismes de coupe des FRP
Adaptée de D. H. Wang et al. (1995)

Les mécanismes de coupe observés expérimentalement ont pu être prédits par des simulations numériques. En effet, les modèles ont également montré des mécanismes très dépendant de l'orientation et des modes de rupture débutant par une décohésion à l'interface fibre/matrice. La cohésion fibre/matrice porte donc une importance capitale quant à l'usinabilité. Les simulations permettent aussi de mieux expliquer la formation des endommagements lors de l'usinage avec des orientations négatives. Il s'agit principalement de fissurations de la matrice qui surviennent au niveau de l'arête de coupe et sont propagées le long des fibres par la compression induite par l'outil (Ghafarizadeh, Chatelain, & Lebrun, 2016; Lasri, Nouari, & El Mansori, 2009).

Ces mécanismes de coupe se répercutent directement sur l'état de surface post-usinage. L'orientation de 90° constitue un seuil évident à partir duquel la rugosité augmente de manière significative au point de devenir très indésirable. Cette augmentation est expliquée par la présence de cratère causé par l'arrachement des fibres. Ces endommagements sont effectivement beaucoup plus fréquents sur cette plage d'orientation et causent une mauvaise intégrité de surface (C. Wang et al., 2017; X. M. Wang & Zhang, 2003). La rugosité est également influencée de manière moins significative par les paramètres de coupe (Slamani, Chatelain, & Hamedanianpour, 2018; C. Wang et al., 2017).

Le mode d'usinage porte une importance sur la qualité du procédé. Bien que le mécanisme de coupe soit équivalent, un usinage en opposition montre un meilleur état de surface et des rugosités beaucoup plus faibles qu'un usinage en avalant (Delahaigue, Chatelain, & Lebrun, 2017; Hamedanianpour, 2013). Ce mode limite aussi la fréquence d'apparition des endommagements, en particulier pour des orientations négatives où l'arrachement des fibres est systématique (C. Wang et al., 2017). Le fait que l'usinage en opposition soit préférable dans le cas des composites est expliqué par le fait que dans ce cas, les fibres sont mieux maintenues par la matière et en limite le fléchissement lors de la coupe (Figure 1.9) (Chegdani, Mezghani, & El Mansori, 2015).

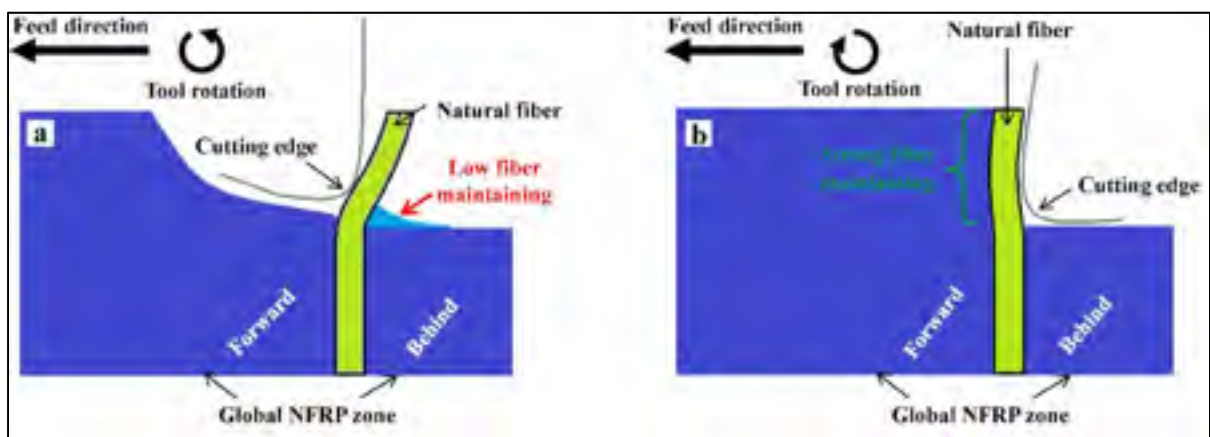


Figure 1.9 Mécanisme de coupe en avalant (a) et en opposition (b)

Tirée de Chegdani et al. (2015)

Étant donné la sensibilité des composites à la chaleur, l'aspect thermique du mécanisme d'usinage fait depuis peu l'état de recherche et montre un intérêt certain à l'amélioration du procédé. Encore une fois, le mécanisme de séparation du copeau est la clé dans la compréhension du processus de génération de chaleur qui survient durant l'usinage. Contrairement aux métaux, où la séparation du copeau se fait par déformation élastoplastique, c'est une rupture fragile qui est à la base du mécanisme de coupe. Du point de vue thermique, l'énergie apportée par ce type de rupture est relativement faible, voire inexistante. C'est pourquoi la chaleur due à la formation du copeau est négligée dans le cas des FRP. Ainsi, seul le phénomène de friction est considéré dans la génération de chaleur, en particulier la friction entre l'outil et la matière qui survient sur la face de dépouille (Ghafari-zadeh, Lebrun, & Chatelain, 2016; Xu et al., 2018). En effet étant donné le caractère poudreux du copeau, celui-ci ne crée que peu de friction sur la face de coupe (Xu et al., 2018). C'est pourquoi les températures obtenues lors de la coupe des FRP sont beaucoup plus faibles que celles obtenues avec les métaux. Néanmoins, les températures de coupe atteintes sont tout de même suffisamment hautes (plus de 300°C) pour dépasser les températures de transition vitreuse des matrices, et sont ainsi susceptibles de causer des endommagements thermiques (Yashiro, Ogawa, & Sasahara, 2013). Étant donné la faible conductivité thermique des composites, le matériau évacue très mal la chaleur. Celle-ci se retrouve principalement évacuée par l'outil et les copeaux. En accumulant la chaleur, l'outil se retrouve alors être la zone la plus chaude du processus (Sheikh-Ahmad, Almaskari, & Hafeez, 2019). Contrairement aux métaux où des émulsions sont utilisées pour réguler et lubrifier la coupe, l'usinage des CFRP se fait généralement à sec dans l'industrie. En effet, une exposition prolongée à ces émulsions cause de légères pertes au niveau des propriétés mécaniques du matériau (Turner, Scaife, & El-Dessouky, 2015).

Les conditions de coupe et l'orientation des fibres sont les paramètres déterminants sur les températures. D'une manière générale, l'augmentation de la vitesse de coupe mène à une augmentation de la chaleur, ceci est prévisible étant donné que la friction est la cause du réchauffement (Xu et al., 2018). L'orientation des fibres montre aussi une influence significative sur les températures, celle-ci est expliquée par une variation du coefficient de

frottement, qui se montre être minimal à 0° et maximal à 90° (Ghafari-zadeh, Lebrun, et al., 2016). Celui-ci peut également changer avec la température. À partir d'un certain seuil, un adoucissement du matériau peut être causé et ainsi provoquer une modification du coefficient de frottement (Xu et al., 2018).

1.2.2 Endommagements du matériau

L'une des difficultés principales rencontrée lors de l'opération d'usinage des FRP est l'endommagement du matériau. En effet, le matériau est composé de deux phases distinctes aux propriétés différentes qui ne réagissent pas de la même manière. Des endommagements inédits sont ainsi rencontrés et accroissent la difficulté de l'opération. Ceux-ci sont classés en deux types; les endommagements mécaniques qui sont directement causés par le mécanisme de coupe et les endommagements thermiques qui sont causés par l'élévation de la température.

1.2.2.1 Endommagements mécaniques

Le caractère anisotrope des matériaux composites mène à des endommagements qui surviennent durant la phase de coupe. Des défauts sont visibles en surface de manière plus ou moins fréquente dépendamment de l'outil, du matériau, de l'orientation, de l'usure et des conditions de coupe. Les plus courants sont les suivants :

- La délamination est généralement caractérisée par des fibres non coupées au niveau des plis extérieurs du laminé (Figure 1.10). Il s'agit d'un phénomène courant lors des opérations de contournage et de perçage des FRP. Elle est causée par un mauvais maintien des fibres lors de leur premier contact avec l'outil de coupe. Ce phénomène est très dépendant de l'orientation et du niveau d'usure de l'outil (Hintze, Hartmann, & Schütte, 2011).

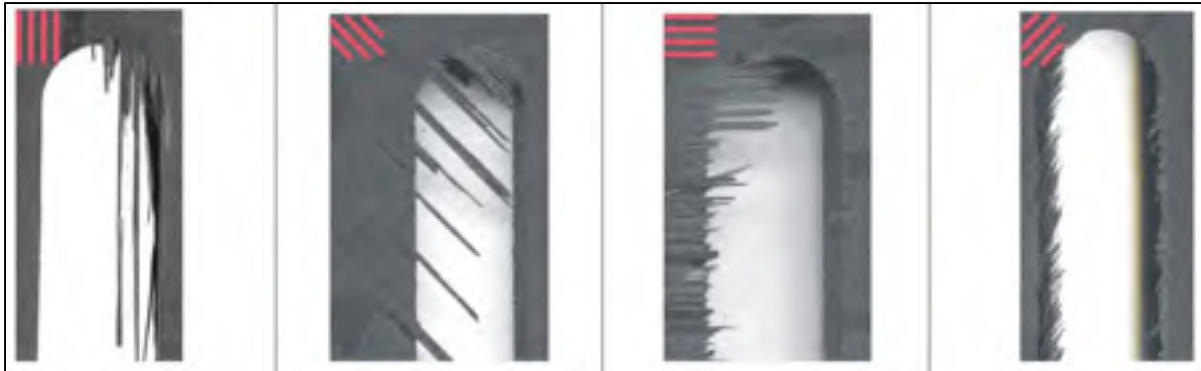


Figure 1.10 Délamination suivant différentes orientations
Tirée de Hintze et al. (2011)

- L'arrachement des fibres est caractérisé par une rupture des fibres sous la surface usinée et est souvent accompagné de fissuration de la matrice (Figure 1.11). Ces endommagements sont particulièrement fréquents pour des orientations négatives (Figure 1.12) et sont expliqués par le mécanisme de coupe qui survient alors; la rupture commence par une décohésion des fibres et se propage sous la surface jusqu'à la rupture des fibres par fléchissement (C. Wang et al., 2017).

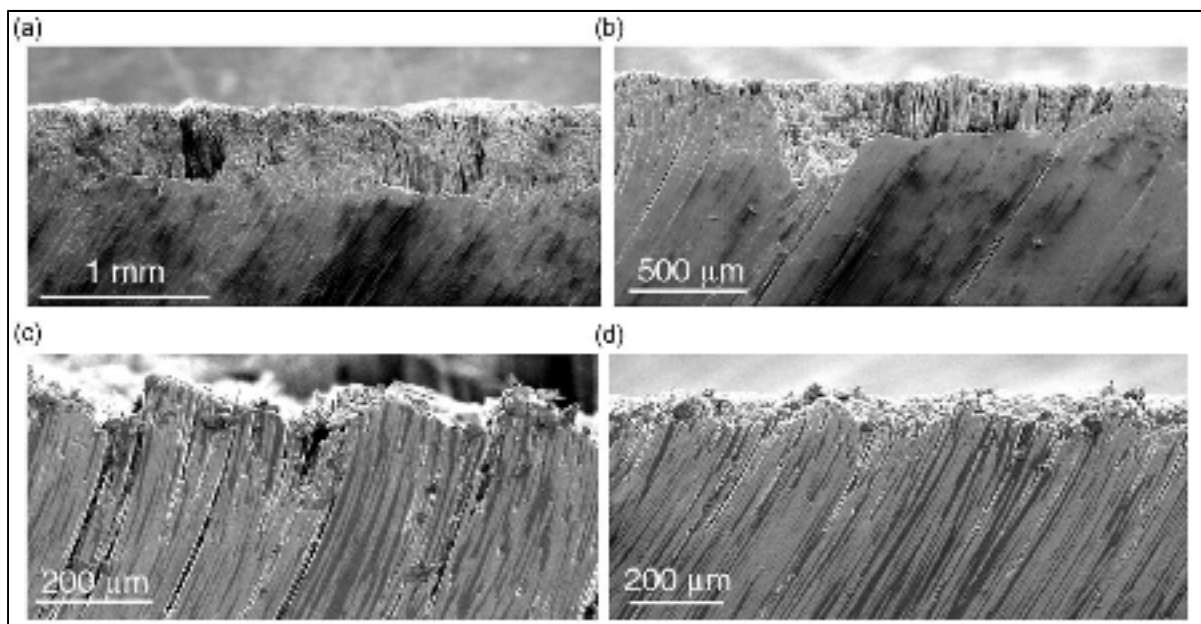


Figure 1.11 Arrachement de fibre et fissuration
Tirée de X. M. Wang et Zhang (2003)

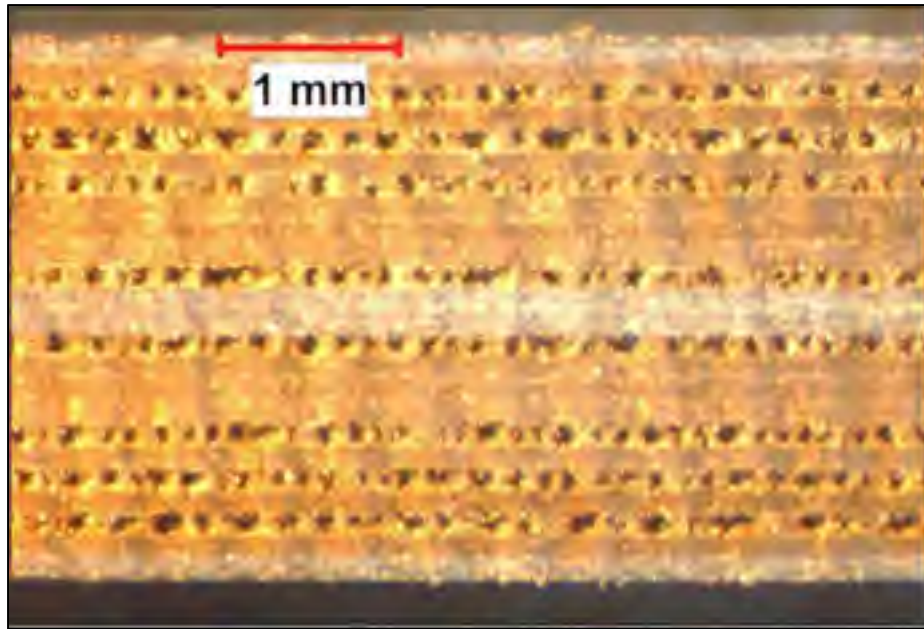


Figure 1.12 Endommagements mécaniques présents uniquement sur les plis à -45°
Tirée de Delahaigue (2015)

Ces défauts ont une conséquence directe sur l'intégrité de surface. L'arrachement des fibres et les fissurations causent des rugosités très élevées (C. Wang et al., 2017) et la délamination mène à des fibres non coupées (Hintze et al., 2011). Ces irrégularités en surfaces sont également néfastes au niveau mécanique. En effet, elles peuvent être la source d'une rupture prématurée du matériau (Le Borgne & Chalet, 2007). Il peut être remarqué que l'interaction fibre/matrice est étroitement liée à l'apparition de ces endommagements. En effet, leur survenance s'explique principalement par une décohésion du renfort et reflète une faiblesse évidente dans la transmission des efforts de coupe entre les deux phases.

1.2.2.2 Endommagements thermiques

Le mécanisme d'usinage et une usure d'outil prononcée peuvent conduire à des températures trop élevées et causer des endommagements irrémédiables au matériau, en particulier sur la matrice polymérique qui est fortement sensible à la température. En effet, les polymères montrent des températures de transition vitreuse relativement faibles et se dégradent

rapidement au-delà. Des brûlures ou des fusions de matrice sont ainsi rencontrées selon le type de polymères utilisé et mènent à un phénomène de « tartinage » (Figure 1.13). Des intégrités de surfaces complètement désordonnées sont ainsi causées (Delahaigue, 2015).



Figure 1.13 Fumée et matrice brûlée durant l'usinage des CFRP
Tirée de Hamedanianpour (2013)

Les endommagements thermiques subits par la matrice sont déterminants sur les propriétés mécaniques. Des effets de bords très significatifs sont créés, et mènent à une rupture précoce du matériau (Delahaigue et al., 2017; Mullier & Chatelain, 2015). Les mêmes conclusions sont observées lors des découpes laser où l'effet thermique est prédominant (Harada, Kawai, Suzuki, & Teramoto, 2012).

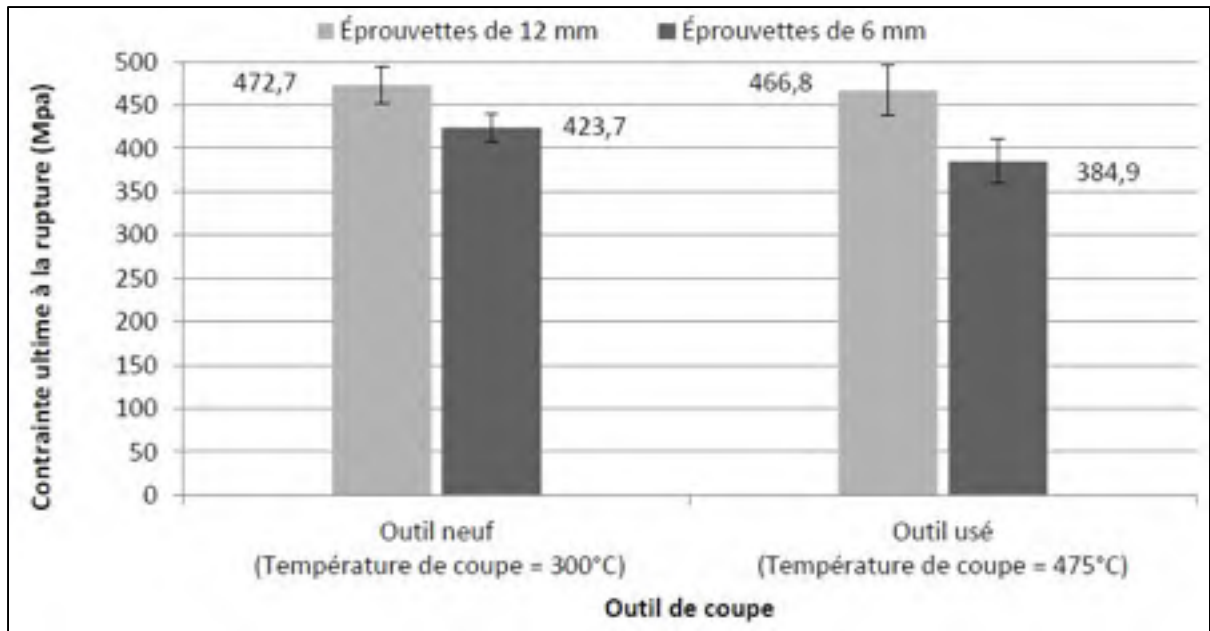


Figure 1.14 Effets thermiques sur la résistance en traction de CFRP
Tirée de Delahaigue (2015)

1.2.3 Outillages

L'outillage a une importance capitale dans le cadre de l'usinage des composites, plus particulièrement sur le point de la durée de vie qui est une problématique très pertinente des industriels. En effet, une usure rapide signifie un arrêt excessivement fréquent de la production et l'intervention d'un opérateur qualifié. Les défauts induits par l'usure, les coûts engendrés par le changement d'outil et la perte économique liée à l'interruption d'activité discordent avec les exigences de production (Le Borgne & Chalet, 2007).

1.2.3.1 Matériaux et géométries de coupe

Les matériaux composites causent de réels problèmes de durée de vie d'outil. Ils ont la particularité d'être relativement abrasifs et amènent à une usure prématurée des surfaces de coupe. Ainsi, pour se prêter à ce type d'activité, les outils de coupe doivent présenter une bonne résistance à la friction et à l'abrasion. Cela demande notamment une dureté importante et une bonne résistance à l'arrachement du revêtement le cas échéant. Étant donné que l'outil

constitue l'un des principaux modes d'évacuation de la chaleur lors de l'usinage de FRP, sa conductivité thermique doit également être relativement élevée (Davim, 2010). Ainsi, la gamme de matériaux d'outils utilisables se limite aux deux qui suivent :

- Carbures : Principalement composé de carbure de tungstène, ces matériaux sont obtenus par métallurgie des poudres. Largement utilisés dans l'usinage, leur rapport coût/durée de vie est parmi les plus économiquement viables et permettent l'obtention de géométries d'outil très variées. Ils se prêtent également bien à des revêtements de type nitrure ou diamant leur permettant d'accroître leur durée de vie. Ceux-ci sont généralement appliqués par des procédés tels que le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) (Davim, 2010). Selon le type de revêtement utilisé, l'usure survient plus ou moins rapidement. Le mécanisme d'usure est principalement causé par l'abrasion lors du contact avec les fibres et se caractérise généralement par un écaillage du revêtement mettant à nue le carbure (Mkaddem, Ben Soussia, & El Mansori, 2013)
- Diamant polycristallin (PCD) : L'un des matériaux les plus durs et les plus conducteurs dans le domaine de l'usinage. Ils sont obtenus par frittage de particule de diamant micrométrique dans une matrice de cobalt (Davim, 2010). En revanche, la fabrication des PCD limite la diversité de géométrie d'outils, ceux-ci se présentent généralement en tant que plaquettes brasées sur un corps en acier. Malgré leur coût relativement élevé, ce sont les outils qui montrent la plus longue durée de vie avec les composites (Bérubé, 2012; Davim, 2010). Bien que le diamant soit l'un des matériaux les plus résistants connus, l'usure de ces outils survient néanmoins par un arrachement progressif des particules de diamant de la matrice de cobalt (Grosbois & Hebuterne, 2010).

D'une manière générale, les outils PCD sont particulièrement efficaces et montrent des durées de vie largement supérieures aux autres types de matériaux (Bérubé, 2012). Toutefois au vu de leur coût plus raisonnable, les carbures diamantés obtenus par CVD restent tout de même compétitifs, dépendamment des moyens à disposition de l'industriel (Davim, 2010).

Comme vu dans la partie 1.2.2, l'usinage des FRP cause des défauts importants dû à leur hétérogénéité. Des outils ayant des géométries spéciales sont proposés par les fabricants pour

minimiser ces défauts. Par exemple, des outils à doubles hélices inversées en chevrons, à dents rainurées ou encore des fraises-limes sont actuellement disponibles sur le marché (Sandvik, 2019). Ces outils montrent aussi de meilleures performances avec leur capacité à réduire et adoucir les efforts de coupes (Bérubé, 2012; Chatelain & Zaghbani, 2011).

1.2.3.2 Usure d'outil

L'usure d'outil constitue une des plus grandes difficultés dans l'usinage des FRP. En effet, malgré l'utilisation d'outils élaborés et dispendieux, leur durée de vie n'est que de quelques dizaines de minutes. Dans le cas des FRP, étant donnée la nature poudreuse des copeaux, ceux-ci ne créent pas ou peu de dommage sur la face de coupe. En revanche, l'usure se montre généralement plus prépondérante au niveau de l'arête de coupe et de la surface de dépouille, là où la friction est la plus prédominante dans le mécanisme de coupe (Mkaddem et al., 2013). L'usure est couramment définie par un changement de la géométrie d'outils par rapport à sa forme initiale, elle peut également être observée par l'arrachement du revêtement dans le cas d'outil revêtu. L'outil est généralement considéré comme usé lorsque l'usure sur chaque dent atteint une distance de 0.3 mm selon la norme ISO 8688-2.

L'abrasion et la friction expliquent le mécanisme d'usure, c'est pourquoi les paramètres d'usinage montrent une influence cruciale. Ainsi, de la même manière qu'ils influent les efforts de coupe, l'orientation des fibres et les vitesses de coupe et d'avance changent considérablement la durée de vie d'outil. Les orientations de 0° montrent des usures plus rapides de l'outil. Cela s'explique par le mécanisme d'usinage qui occasionne une plus grande surface de contact entre l'outil et la matière, et provoque ainsi plus d'abrasion. Des durées de vie plus élevées sont également observées suivant certaines configurations de vitesse et d'avance (Figure 1.15) (Azmi et al., 2013; Hamedanianpour, 2013). Ces paramètres doivent être choisis de manière optimale et ne pas être trop rudes sous peine de ne pas assurer une productivité maximale.

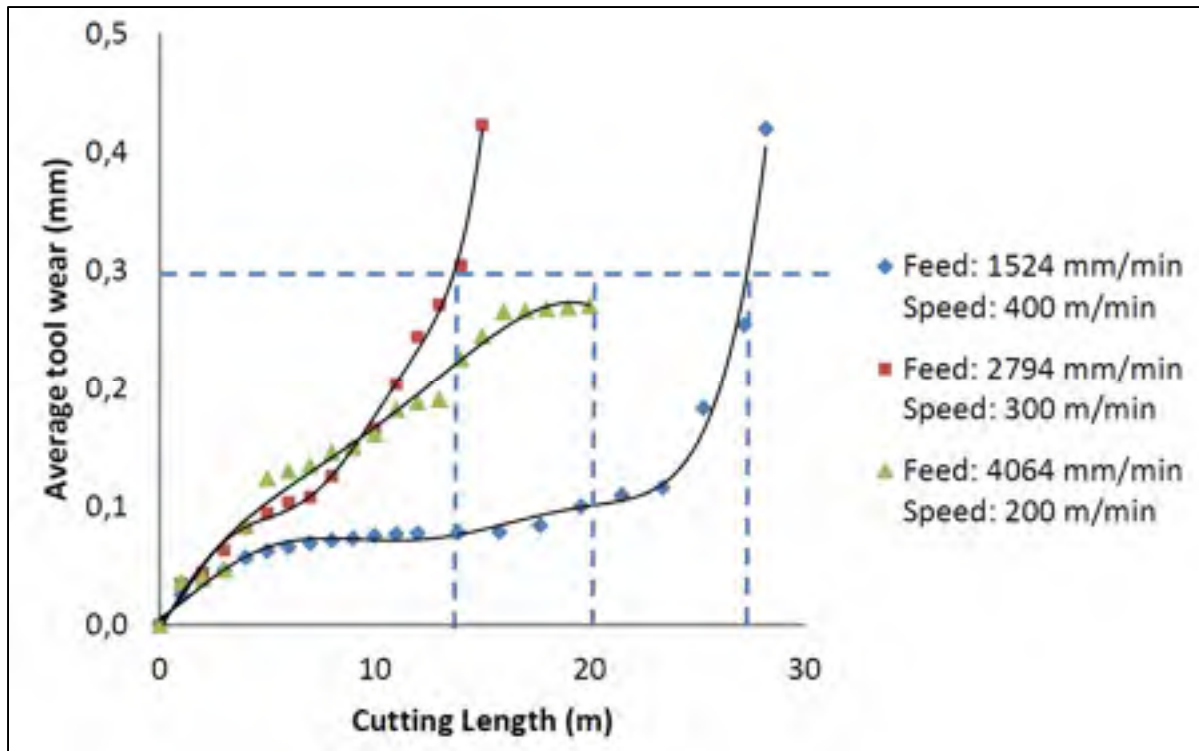


Figure 1.15 Influence des paramètres de coupe sur l'usure d'un outil CVD
Tirée de Hamedanianpour (2013)

Une fois l'outil usé, sa géométrie n'est plus la même et l'arête de coupe perd de son tranchant. Cela a pour conséquence d'aggraver les difficultés d'usinage déjà rencontrées. La perte de tranchant équivaut à avoir un rayon de bec trop important et cause un mauvais mécanisme de coupe. Les fibres sont repoussées et la coupe n'est pas nette (Davim, 2010). Les efforts de coupe augmentent de manière significative, notamment l'effort d'avance qui est fortement corrélé à l'usure. Cela s'accompagne également par une plus mauvaise intégrité de surface (Slamani et al., 2018). C'est au niveau thermique que l'usure est la plus néfaste. Étant donné que la friction est amplifiée par des efforts plus grands et par la perte du revêtement, les températures de coupe augmentent très significativement. Les endommagements thermiques font alors leur apparition (Figure 1.16) et causent une perte des propriétés mécaniques du matériau et un mauvais état de surface (Delahaigue et al., 2017; Mullier & Chatelain, 2015).

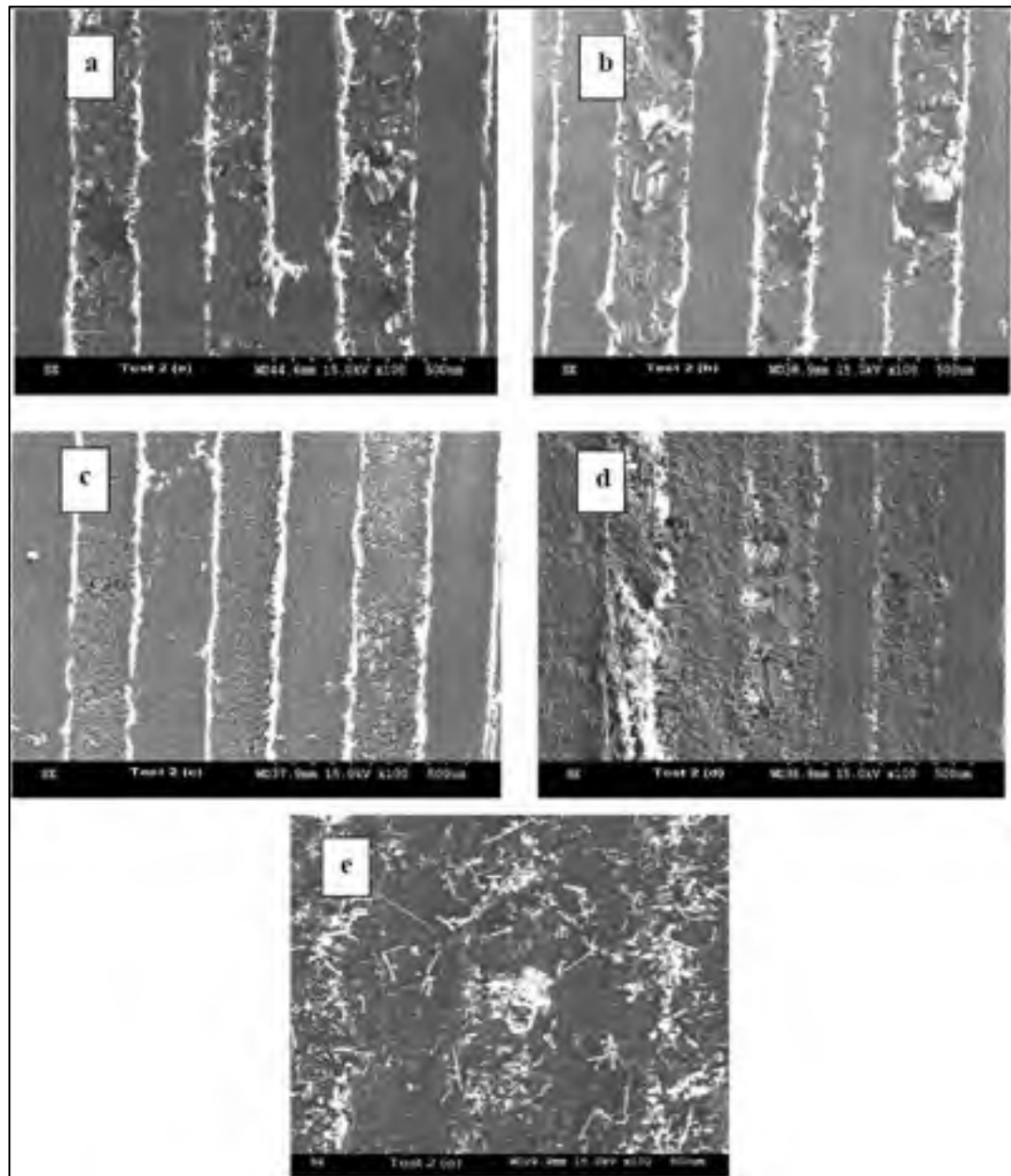


Figure 1.16 Intégrité de surface suivant une usure croissante de l'outil
Tirée de Hamedanianpour (2013)

1.3 Charges

Les propriétés des polymères doivent souvent être améliorées afin de les fonctionnaliser à leurs applications finales. Ces modifications peuvent se faire par l'ajout d'additifs, appelés

charges, lors de la mise en œuvre. Des charges très diverses et variées sont couramment utilisées, dépendamment des améliorations recherchées, qui peuvent être d'ordre mécanique, chimique ou physique (Peinado, 1986; Seymour, 1991). De tels polymères modifiés peuvent évidemment être utilisés en tant que matrice dans le cadre des matériaux composites.

Toutefois, une attention particulière doit être portée sur le choix de ces additifs, afin qu'ils n'interfèrent pas avec le procédé. Il est par exemple important d'assurer que la charge n'influence pas la réaction de réticulation, qu'elle soit facilement dispersable ou encore qu'elle ait une faible teneur en eau (Peinado, 1986). Dans le cas des composites, la viscosité de la résine risque d'augmenter de manière importante avec la teneur en additif, ce qui peut causer des difficultés avec certains procédés de fabrication (Kanny & Mohan, 2014; Khan, Munir, Hussain, & Kim, 2010).

Dans la continuité de l'étude de Kuate-Togue (2019), le premier chapitre de ce mémoire propose l'étude de l'influence de deux particules : l'argile et la cire. Ces particules ont été choisis pour leur propriétés et effets déjà connus et qui représentent un potentiel intéressant dans l'amélioration de l'usinabilité. Le second chapitre quant à lui, propose une étude plus originale sur l'utilisation du graphène. En effet, ses importantes propriétés mécaniques et ses fortes conductivités s'avèrent être intéressants dans notre cas.

1.3.1 Argile

Les phyllosilicates tels que la montmorillonite, la bentonite ou encore la saponite forment la famille d'argile la plus répandue. Introduites par Toyota dans les années 1970 en tant que charge, ces argiles ont démontré leur capacité à augmenter les propriétés des polymères notamment au niveau mécanique. Étant très abondantes dans la croûte terrestre, leur coût en est relativement faible (Gloaguen & Lefebvre, 2007). La particularité des phyllosilicates réside dans leur géométrie en feuillets d'épaisseur nanométrique qui leur confère une très grande surface spécifique (700 – 800 m²/g). Toutefois, avant d'être utilisées, ces argiles doivent être modifiées pour être rendues organophiles. Concrètement, elles subissent un

traitement chimique visant à remplacer les cations métalliques présents en surfaces des feuillets par des cations organiques, cela va avoir entre autres comme conséquence l'expansion de l'espace entre les feuillets pour en faciliter le passage des chaînes de polymères. Ainsi, la compatibilité et l'interaction entre ces argiles organophiles et le polymère sont assurées (Azeez, Rhee, Park, & Hui, 2013; Gloaguen & Lefebvre, 2007).

Bien qu'il s'agisse de nanoparticules, les phyllosilicates en feuillets ont tendance à s'empiler et s'agglomérer pour former des particules de taille micrométrique. Une attention particulière doit être portée lors de la mise en œuvre avec le polymère afin de désagréger au maximum ces particules. D'une manière générale, tout l'intérêt des nanoparticules est d'avoir une très grande surface spécifique, permettant ainsi une interaction maximale avec le polymère. Des particules trop grosses sont au contraire à éviter, elles procurent des interactions médiocres qui peuvent induire entre autres des concentrations de contraintes. Il existe trois structures possibles de nanocomposite argile/polymère, qui sont montrées dans la Figure 1.17 (Azeez et al., 2013; Gloaguen & Lefebvre, 2007) :

- Composite conventionnel : L'argile est dans sa forme agglomérée, les chaînes de polymère ne pénètrent pas les galeries (interstice entre les feuillets).
- Nanocomposite intercalé : Les feuillets d'argiles sont toujours empilés, mais les chaînes de polymères s'insèrent entre elles.
- Nanocomposite exfolié : Les feuillets d'argiles sont complètement séparés et dispersés dans la matrice polymérique.

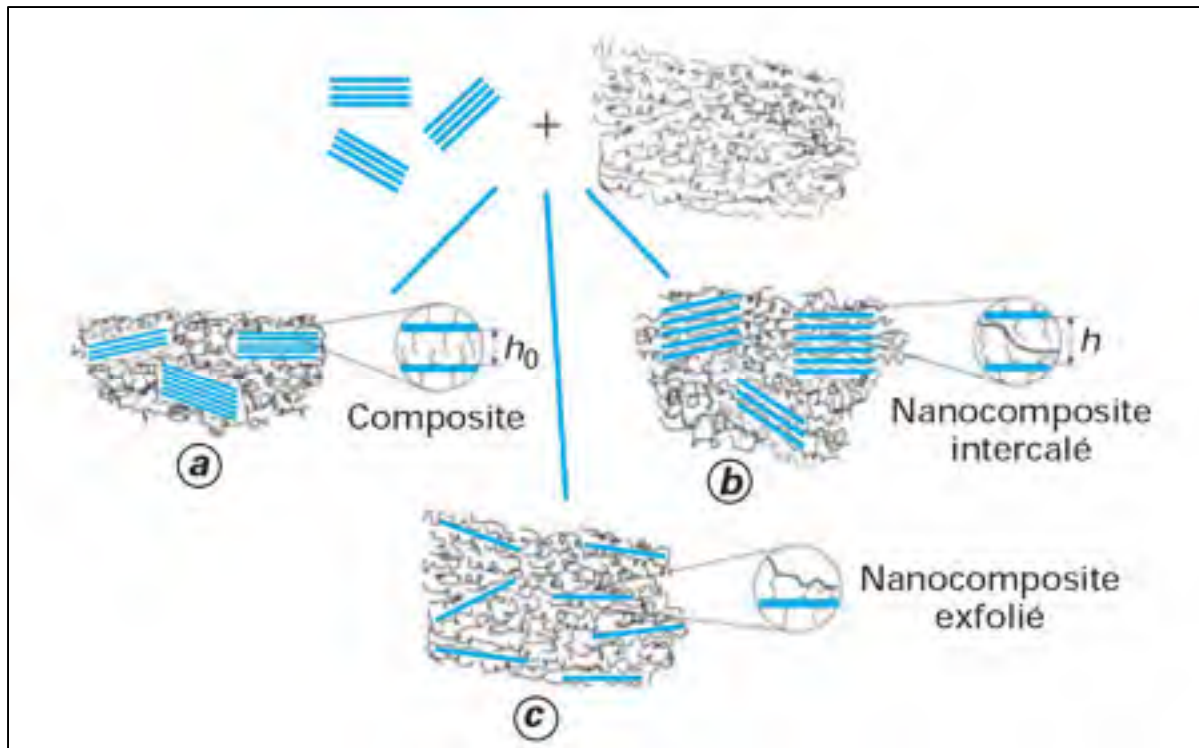


Figure 1.17 Différentes structures de nanocomposites argile/polymère
Tirée de Gloaguen et Lefebvre (2007)

La structure exfoliée est la plus difficile à atteindre, mais également la plus recherchée. En effet, cette structure maximise l'interaction entre l'argile et la matrice ce qui permet d'avoir de meilleures propriétés mécaniques et physiques. La structure obtenue dépend principalement du procédé de fabrication mis en place, dans le cas des thermodurcissables le procédé le plus courant est la polymérisation in situ (Azeez et al., 2013). Cette méthode consiste à mélanger et exfolier directement l'argile dans la résine avant de lancer la réaction de polymérisation. Des méthodes telles que la sonication ou le mélange par haut cisaillement se sont montrés être indispensables à la désaggrégation des particules et donc à l'obtention des structures intercalées et exfoliées, le temps de mélange est également un facteur important (Yasmin, Luo, & Daniel, 2006).

Nombre d'études ont montré l'amélioration des propriétés mécaniques lors de l'ajout d'argile, aussi bien en tant que nanocomposite (argile et polymère seul) que dans les FRP. Le

Tableau 1.1 résume quelques exemples de résultats obtenus par différents chercheurs avec des résines époxy (les résultats en contraintes (σ) et raideurs (E) sont donnés pour les tests de flexion (f) et compression (c)). Dépendamment des matériaux utilisés, des améliorations allant jusqu'à 17% sont constatées sur les raideurs, et jusqu'à 35% sur les résistances. Une amélioration des contraintes ILSS (InterLaminar Shear Strength) est également remarquée, ce qui signifie une meilleure interaction fibre/matrice. Cela se caractérise aussi par une observation au MEB (Microscope Électronique à Balayage) des zones de fractures qui laissent apparaître une rupture cohésive à l'interface lors de la présence d'argile (Figure 1.18), synonyme d'une meilleure adhérence entre la matrice et les fibres (Oliwa, Heneczkowski, Oliwa, & Oleksy, 2017; Zhou, Pervin, Rangari, & Jeelani, 2007). D'autres propriétés mécaniques se voient accentuées, telles que la résistance à l'impact (Aboubakr, Salas, & Reda Taha, 2015; Sakthivel & Prabu, 2008) et à la fatigue (Dorigato, Pegoretti, & Quaresimin, 2011; Khan et al., 2010).

Tableau 1.1 Influences de nano argiles sur les propriétés mécaniques

Auteur	Concentration optimale et argile utilisée	Matériaux et tests	Résultats
(Chowdhury, Hosur, & Jeelani, 2006)	2% Nanomer® I-28E (Montmorillonite)	Carbone/Epoxy Flexion – Short -Beam	$\sigma_f + 25\%$ - $E_f + 14\%$ ILSS +30%
(Tcherbi-Narteh, Hosur, Zainuddin, & Jeelani, 2010)	2% Nanomer® I-28E (Montmorillonite)	Carbone/Epoxy Flexion – Compression	$\sigma_f + 35\%$ $\sigma_c + 14\%$ - $E_c + 17\%$
(Zhou et al., 2007)	2% K10 (Montmorillonite)	Carbone/Epoxy Flexion	$\sigma_f + 7\%$ - $E_f + 13\%$
		Epoxy Flexion	$\sigma_f + 27\%$ - $E_f + 32\%$
(Quaresimin, Salviato, & Zappalorto, 2012)	3% Cloisite® 30B (Montmorillonite)	Verre/Epoxy Short-Beam	ILSS +12%

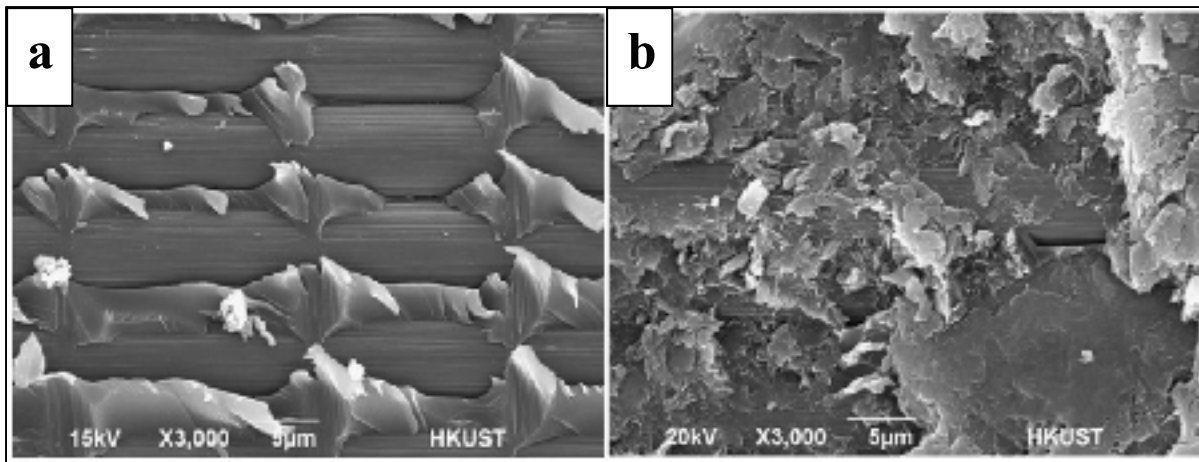


Figure 1.18 Rupture adhésive sans argile (a) et cohésive avec présence d'argile (b)
Adaptée de (Khan et al., 2010)

D'une manière générale, il est observé que les propriétés mécaniques augmentent avec la proportion d'argile jusqu'à des concentrations d'environ 2wt%. Au-delà de cette concentration, les propriétés décroissent, cela s'explique par l'agglomération des particules. La concentration est telle que les feuillets deviennent difficiles à exfolier (Aradhana, Mohanty, & Nayak, 2018; Chowdhury et al., 2006; Kumar, Hosur, & Netravali, 2010). Cela s'accorde avec le mécanisme de durcissement expliqué par Seymour (1991); les propriétés finales du matériau dépendent notamment de l'interaction, de l'agglomération et de la surface spécifique de la charge.

D'autres propriétés physiques se voient également bonifiées par l'action de l'argile. Les nanocomposites montrent une légère augmentation de la stabilité thermique et de la tenue au feu (Baiquni & Soegijono, 2018; Zhou et al., 2007). L'argile vient également apporter une propriété barrière au polymère qui se caractérise par une réduction de l'absorption d'humidité et de la perméabilité aux gaz. Ce caractère s'explique par la dispersion des feuillets à travers la matrice qui viennent gêner la diffusion en causant un chemin tortueux (Gloaguen & Lefebvre, 2007).

1.3.2 Cire d'hydrocarbures

Les lubrifiants sont des additifs couramment employés dans les polymères. Ajoutés en faible quantité, ils permettent de faciliter le flux de matière lors de la mise en œuvre et présentent un intérêt particulièrement intéressant pour les procédés de fabrication tels que l'extrusion et l'injection plastique (Seymour, 1991). Dépendamment du couple lubrifiant/polymère, la lubrification peut être de deux types; interne et/ou externe. La lubrification interne consiste en un mouvement facilité entre les chaînes de polymères, permettant ainsi d'en baisser la viscosité et d'en améliorer le flux. Alors que la lubrification externe correspond à une adhésion réduite et un meilleur glissement avec les surfaces de l'équipement de mise en œuvre (Lutz, 1989). Les cires d'hydrocarbures figurent dans la famille des lubrifiants les plus appréciés, notamment pour leur faible coût et leurs bonnes stabilités thermique et chimique. Parmi ces cires, la cire de polyéthylène (PE) et la cire de paraffine sont les plus utilisées. Ces cires sont des produits issus du pétrole et sont obtenues par des procédés proches de ceux des polymères. Leurs caractéristiques sont analogues, mais portent néanmoins des différences notamment sur le plan du degré de cristallinité et de la masse moléculaire (Lutz, 1989; Nuttens & Van Haeren, 1989).

Les cires d'hydrocarbures utilisées en tant que charges sont commercialisées sous forme de particules, cependant une attention particulière doit être portée sur la forme et la taille de celles-ci. Des particules trop grosses peuvent donner un aspect final détérioré aux surfaces externes de la pièce. Des particules sphériques de diamètres proches du micron se sont montrées être les plus favorables (Kim & Lee, 2015). Ces dimensions et formes sont facilement obtenues en grande quantité et à faible coût par des procédés comme l'atomisation à l'air (Otaigbe & McAvoy, 1998; Prasertsit, Madua, Innachitra, & Keatkhunboot, 2016). Les cires de polyéthylène (PE) modifiées au polytétrafluoroéthylène (PTFE) sont également très appréciées pour leur meilleur effet lubrifiant et dispersion dans le polymère (Kim & Lee, 2015).

Dans le cas des composites, couplée à de l'argile, la cire a récemment montré une capacité à baisser les températures de coupe lors de l'usinage de GFRP. Une interaction avec l'argile est également observée (Kuate-Togue, Chatelain, & Ouellet-Plamondon, 2018). À la connaissance de l'auteur, il s'agit de la seule application de cire aux composites étudiée.

1.3.3 Graphène

Synthétisé pour la première fois en 2004 par Geim et Novoselov, le graphène est un matériau nouveau qui suscite actuellement énormément d'attention au sein de la communauté scientifique. Composé uniquement de carbone, il s'agit en réalité d'une couche unique de la structure hexagonale du graphite (Figure 1.19) (Geim & Novoselov, 2007). Ce matériau est dit 2D, l'arrangement des atomes se fait dans le plan, ce qui implique une épaisseur théorique d'un atome. Cette particularité, impossible dans la nature ne s'obtient qu'artificiellement (Geim, 2009). Plusieurs méthodes de fabrication ont vu le jour, permettant de fabriquer du graphène de plus ou moins bonne qualité en plus ou moins grande quantité. Il est en effet très difficile d'obtenir une exfoliation complète des couches qui caractérise la qualité du produit. En pratique, le graphène produit industriellement contient en réalité quelques couches empilées (Choi, Lahiri, Seelaboyina, & Kang, 2010).

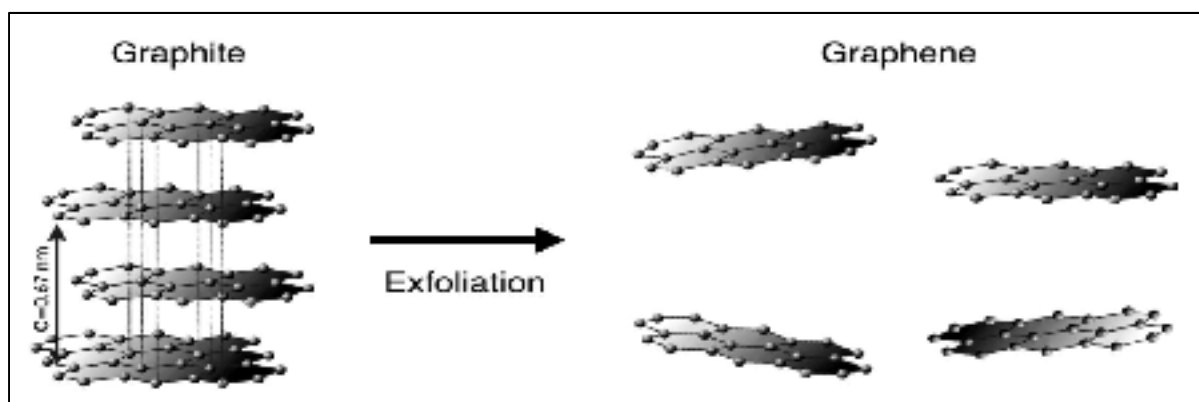


Figure 1.19 Structure du graphite et du graphène
Tirée de Blomquist (2016)

La structure particulière du graphène lui confère des propriétés hors-normes, il s'agit du matériau connu à ce jour le plus résistant (Lee, Wei, Kysar, & Hone, 2008) et le plus

conducteur électriquement et thermiquement parlant (Balandin et al., 2008). Ces propriétés lui ouvrent un très large champ d'application, dont l'application aux polymères qui se montre être très prometteuse : nombre d'études ont montré des améliorations significatives sur les propriétés des nanocomposites à base de graphène. En revanche, ces nanocomposites présentent des difficultés de mises en forme proches de ceux rencontrés avec l'argile. Les plaquettes de graphène ont tendance à s'agréger, perdant ainsi sa structure 2D particulière et sa grande surface spécifique (Zhang et al., 2018). Ici encore, des méthodes telles que la sonication ou le mélange à haut cisaillement sont indispensables.

Les nanocomposites graphènes se sont montrés intéressants dans le cas de différents polymères, aussi bien des thermoplastiques que des thermodurcissables. Les propriétés thermiques se voient améliorées, cela se caractérise notamment par une augmentation de la stabilité et de la conductivité thermique (Lentzakis et al., 2017; Zhang et al., 2018). Au niveau électrique, le graphène permet de rendre le polymère littéralement conducteur (Govorov, Wentzel, Miller, Kanaan, & Sevostianov, 2018). L'amélioration de ces propriétés s'explique notamment par la dispersion des particules, celles-ci étant extrêmement bonnes conductrices thermique et électrique, elles créent un maillage facilitant le transfert thermique et électrique à travers la matrice. En revanche, la structure plane des plaquettes implique que l'orientation des particules génère des anisotropies. Une attention particulière est à porter aux procédés de fabrication qui peuvent engendrer une orientation préférentielle tels que l'injection ou l'extrusion (Moghimian et al., 2017).

Les propriétés mécaniques sont également améliorées par l'apport de graphène. Des augmentations de l'ordre de 30% sur les raideurs et résistances ont été observées avec seulement 0.1 wt% de graphène (Chhetri et al., 2018). Le mécanisme de durcissement est ici aussi expliqué par la structure en plaquettes, les particules viennent bloquer les chaînes de polymères empêchant toute mobilité de celles-ci (Moghimian et al., 2017). En revanche, des concentrations supérieures à 1% causent une agglomération des particules et détériorent les propriétés mécaniques (Kamar et al., 2015; Pathak, Borah, Gupta, Yokozeki, & Dhakate, 2016).

Le graphène apporte également un intérêt certain aux FRP. Une meilleure résistance interlaminaire est observée lors de la présence de graphène et donc une meilleure adhérence de la matrice aux fibres (Ning et al., 2015). L'évolution des propriétés électriques a également été étudiée. L'augmentation de la conductivité apporte une meilleure résistance au foudroiement, critique dans les secteurs aéronautique et éolien (Vryonis, Andritsch, Vaughan, & Lewin, 2016; B. Wang et al., 2018).

1.4 Résumé

La revue de littérature présentée précédemment permet de mettre en évidence les points suivants :

- Les matériaux composites à matrice organique montrent un intérêt croissant auprès des industriels. Des opérations d'usinage sont indispensables, tel que le perçage ou le détournage qui restent encore mal maîtrisés.
- L'orientation des fibres est un paramètre hautement déterminant dans le mécanisme de coupe. Les orientations autour de -45° sont les plus indésirables et causent de profonds endommagements au matériau.
- L'interface fibre/matrice est un facteur critique sur les propriétés mécaniques mais également sur l'usinabilité. La décohésion est le premier mode de rupture à survenir et est la cause principale des endommagements mécaniques.
- L'aspect thermique du procédé est important. La génération de chaleur est principalement causée par la friction à l'interface outil/pièce. Les températures atteintes peuvent causer de graves endommagements et nuire aux propriétés mécaniques et à l'outil.
- Des charges sont couramment utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques et physiques des polymères. Néanmoins, leurs effets sur l'usinabilité n'ont pas été extensivement étudiés. Les nanoargiles, la cire et le graphène montrent des propriétés potentiellement intéressantes dans l'optique de l'amélioration de l'usinabilité des FRP.

CHAPITRE 2

EFFECTS OF NANO ORGANOCLAY AND WAX ON THE MACHINING TEMPERATURES AND MECHANICAL PROPERTIES OF CARBON FIBER REINFORCED PLASTICS (CFRP)

Khalid El-Ghaoui ^a,
Jean-François Chatelain ^a, Claudiane Ouellet-Plamondon ^a et Ronan Mathieu ^a

^a École de Technologie Supérieure, 1100 rue Notre-Dame Ouest,
Montréal (QC), H3C 1K3, Canada

Article publié dans « Journal of Composite Science », 20 août 2019

ABSTRACT

Carbon fiber reinforced plastics (CFRP) are appreciated for their high mechanical properties and lightness. Because of their heterogeneous nature CFRP machining remains delicate. Damages are caused on the material and early tool wear occurs. The present study aims to evaluate the effects of fillers on CFRP machinability and mechanical behavior. CFRP laminates were fabricated by the vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) process, using a modified epoxy resin. Three fillers (organoclay, hydrocarbon wax and wetting agent) were mixed with the resin prior to the laminate infusion. Milling tests were performed with polycrystalline diamond (PCD) tools, equipped with thermocouples on their teeth. Machinability was then studied through the cutting temperatures and forces. Tensile, flexural and short-beam tests were carried out on all samples to investigate the effects of fillers on mechanical properties. Fillers, especially wax, allowed to observe an improvement on machinability. The best improvement was observed with 1% wax and 2% organoclay, which allowed a significant decrease in the cutting forces and the temperatures and no deteriorations were seen on mechanical properties. These results demonstrate that upgrade CFRP machining by addition of nanoclays and wax is a path to explore.

Keywords: CFRP, composite machining, organoclay, wax, milling temperature, machinability, mechanical test

2.1 Introduction

Composite materials are very popular because of their high specific mechanical properties, which allow obtaining stronger and lighter structures. Carbon fiber reinforced plastics (CFRP), are recognized for their stiffness and their strength. CFRP are gradually replacing metal parts in the aeronautical sector (Bathias & Wolff, 2005). CFRP currently composes more than 50% of the latest planes such as the Airbus A350 and the Boeing 787 (Bouvet, 2017). The manufacturing processes are well mastered for these materials and make them versatile and suitable for many applications. Despite the fact that composite part processing is near net shape, machining operations such as drilling and edge trimming are usually required to reach the dimensional tolerances and allow part assembly. Composite machining is still not well mastered and many issues are caused by their heterogeneous and anisotropic nature. Unlike metals, the cutting mechanisms remain difficult to understand and are very different depending on novel parameters, such as the fiber orientation (Davim, 2010).

The fiber orientation range between 0° and -90° is considered the worst machining case. Through the cutting process, tool pushes the fiber, which tends to bend because of the low maintaining matter. The tool also induces compression load into the fiber along its axis. These forces lead to a fiber/matrix separation near the cutting edge then its propagation along the fiber by mode I and II, until chip separation happens by flexural rupture of fiber (D. H. Wang et al., 1995; X. M. Wang & Zhang, 2003). Severe damages such as fiber pullout, matrix cracking and delamination are caused on the material for that fiber orientation range. These damages are not desired because they produce asperities and excessive roughness on the machining surface (C. Wang et al., 2017).

Thermal behavior of CFRP machining is important, since the matrix is sensitive to heat. Contrary to metals, chips separation does not occur by plastic deformation but by brittle fracture in CFRP machining. The thermal energy brought by this kind of failure is very negligible. Temperature rising is generally explained by friction, especially the one occurring at the tool/workpiece interface on the tool clearance face. Considering the powdery chips,

friction at the chip/tool interface is also negligible (Ghafari-zadeh, Lebrun, et al., 2016; Xu et al., 2018). Even if temperatures obtained are low comparatively to metals, matrix glass transition temperature is often exceeded, and thermal damages may be caused on the surface (Yashiro et al., 2013). Premature failures may happen because of the subsurface nature of the damages and a decrease in mechanical strength after machining also appear (Delahaigue et al., 2017; Mullier & Chatelain, 2015).

Tool wear is another issue appearing during CFRP machining. Considering the high fiber abrasiveness, tools show an impoverished life. Due to the powder like character of chips, no damages are seen on the cutting face. Nonetheless, wear commonly come out on the clearance face where the friction with the workpiece arises (Mkaddem et al., 2013). Although optimized cutting conditions can significantly improve tool life (Azmi et al., 2013; Hamedanianpour & Chatelain, 2013), tool wear occurs too rapidly to meet the economic requirements of industry. Tool wear is definitely undesirable due to the mediocre cutting quality obtained. Damages become unduly recurrent and roughness no longer sufficient (Slamani et al., 2018). Tool wear also leads to a significant increase on cutting temperatures and create poor cutting conditions. More friction is generated because of the forces growth and the coating loss. The polycrystalline diamond (PCD) tools do not solve the wear issues but they present the best tool life with carbon fiber. Despite their expensive costs, they remain one of the most used tools for this kind of application (Davim, 2010).

Since it has been possible to make clays organophilic (organoclay) in the 1970s, nanoclays such as phyllosilicates are extensively used as reinforcing filler on polymers because of their abundance and low cost. Thanks to its platelet geometry, nanoclays show an elevated specific surface area which allows to obtain a high interaction level with polymers (Azeez et al., 2013; Gloaguen & Lefebvre, 2007). However clay concentration beyond 2 wt% is not recommended, because the particles agglomerate and become too difficult to exfoliate (Aradhana et al., 2018; Chowdhury et al., 2006). Many studies have shown significant improvement on mechanical properties of CFRP when epoxy matrix was filled with nanoclays, such as flexural strength and stiffness (Tcherbi-Narteh et al., 2010; Zhou et al.,

2007), impact strength (Aboubakr et al., 2015; Sakthivel & Prabu, 2008) and fatigue resistance (Dorigato et al., 2011; Khan et al., 2010). Interlaminar shear strengths (ILSS) are also increased, which means an improvement on the fiber/matrix interaction (Chowdhury et al., 2006; Quaresimin et al., 2012).

Hydrocarbon waxes such as polyethylene (PE) wax are often used as a lubricant in polymers, for their ability to improve some manufacturing process like extrusion and injection by decreasing adhesion and increasing slipping at the polymer surface (Lutz, 1989; Seymour, 1991). Micrometrical sized particles show better results and should be used, so not to alter the aspect of the final surface (Otaigbe & McAvoy, 1998).

Fillers are frequently added to adapt polymers to their applications. A wide range filler is available to improve mechanical, chemical or physical polymer properties (Peinado, 1986). Their effects on CFRP machinability have not been studied yet. The present study innovates in investigating the effects of adding fillers into the epoxy matrix on the machinability of CFRP. Nanoclay expects to improve mechanical properties, especially fiber/matrix interface, which shows to be a weakness in the cutting forces transmission, since separation is the first failure to happen (Lasri et al., 2009). While hydrocarbon wax should lower friction and abrasion between the tool and the workpiece and thus, prevent the damages caused by high temperatures and prevent tool wear.

2.2 Methodology

2.2.1 Materials preparation

A Marine 820 epoxy resin from Axson Technologies was used for the laminate fabrication. A nano organophilic phyllosilicate (Garamite-1958) and a micronized polytetrafluoroethylene (PTFE) modified polyethylene wax (Ceraflour-996) were used as fillers in the epoxy resin, according to the concentrations presented in Table 2.1, which follows a three-level factorial design. Nanoclay content was limited to 2wt% and wax at 1.5wt%. A second experiment series was carried out by adding 1% of a BYK-W-972 wetting agent (WA) to observe

improvement. No WA was nevertheless added into the 0% clay / 0% wax sample. Qualix, a division of Dempsey Corporation, supplied all fillers.

Table 2.1 Fillers used and their concentrations

Filler	Trade name	Composition	Concentrations
Clay	Garamite-1958	Organophilic phyllosilicates	0% - 1% - 2%
Wax	Ceraflour-996	PTFE-modified PE wax	0% - 1% - 1.5%
Wetting agent (WA)	BYK-W-972	High molecular weight block copolymer	0% - 1%

The resin modification process starts by drying the clay for two hours in a vacuum oven at 55 °C to remove moisture. All additives were then mixed into the resin for one hour with a Silverson L5M-A high shear mechanical mixer set at 3500 rpm. The solution was then sonicated for 30 minutes using a Qsonica Q700 sonicator, because it is an essential stage to obtain a clay platelets exfoliated structure (Yasmin et al., 2006). The beaker was placed into an iced water bath to evacuate the generated heat during these steps. Finally, resin was degassed to remove air bubbles introduced by mixing and sonication. Prior degassing, the resin was heated at 55 °C to lower its viscosity and facilitate bubbles migration. These steps are illustrated in Figure 2.1. Once the resin is ready, hardener was added according to the ratio advised by the supplier and mixed manually.

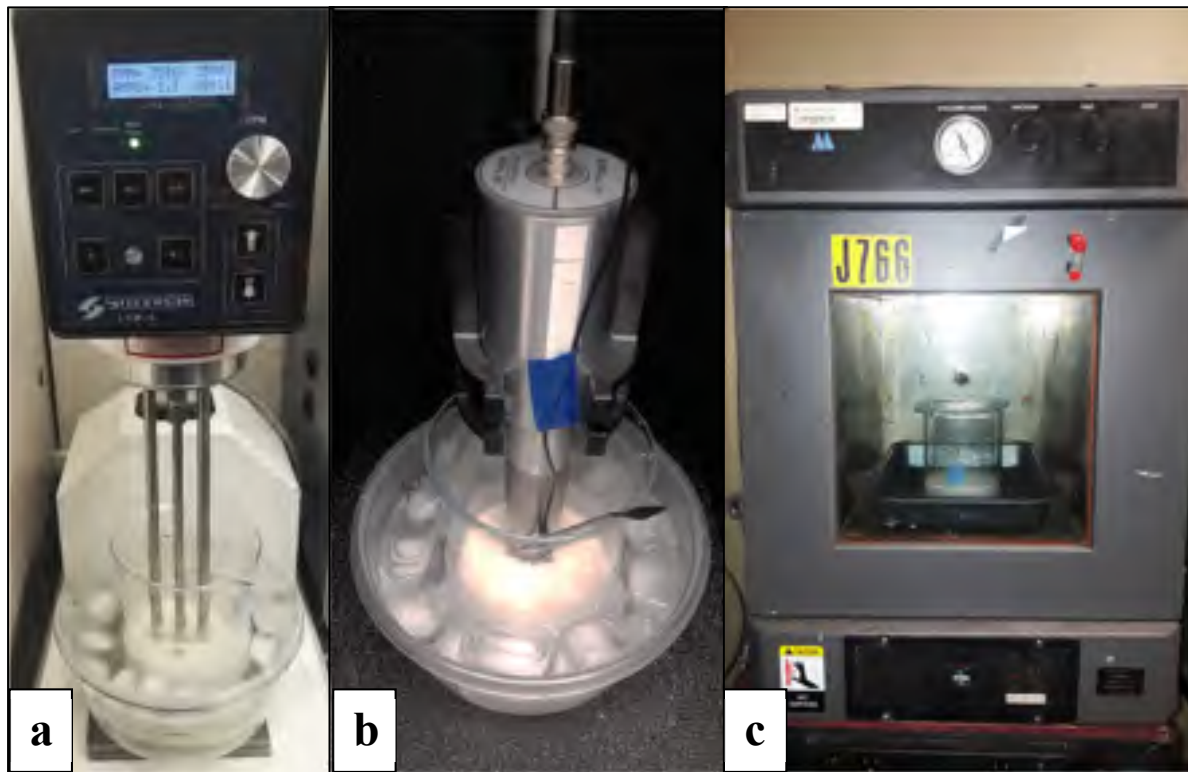


Figure 2.1 Three main steps of resin modification process: mixing (a), sonicating (b) and degassing (c)

Unidirectional laminates were prepared by vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) method with the modified resins prepared above (Figure 2.3). Ten plies of TC-09-U unidirectional high modulus carbon fiber from Texonic Inc. were used to obtain a $[+45]_{10}$ laminate with a final thickness of 3 mm. As illustrated in Figure 2.2, VARTM method consists of using vacuum to infuse the carbon fabric by the resin.

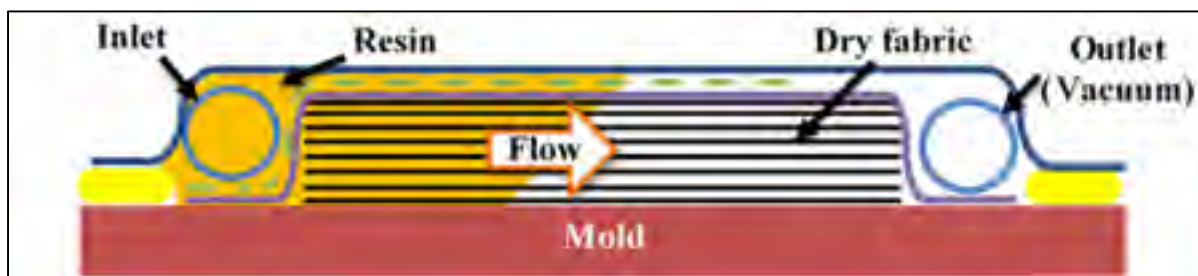


Figure 2.2 Vacuum assisted resin transfer molding (VARTM) process

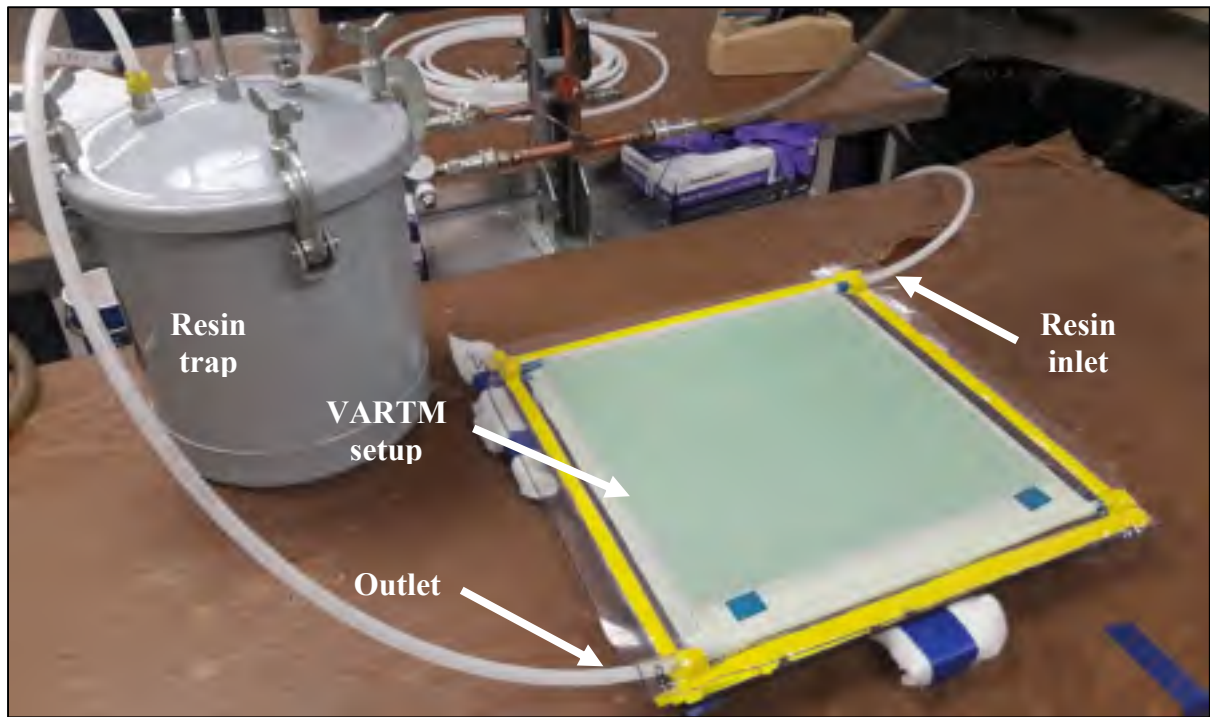


Figure 2.3 Fabrication of CFRP by VARTM

2.2.2 Machining tests

All laminates widths were trimmed at 300 mm by a circular diamond saw prior to be machined. Full-engaged tool milling tests were performed on a Huron K2X10 three-axis CNC machine in dry cutting conditions (Figure 2.4). Fiber orientation of -45° was chosen, since it produces the worst cutting mechanism case by showing frequent damages such as fiber pull-out, uncut fibers and matrix cracking (Aboubakr et al., 2015; D. H. Wang et al., 1995; X. M. Wang & Zhang, 2003). The machining fixture was mounted directly on a Kistler 9255B three-axis dynamometer to record cutting forces at a 48 kHz sampling. According to a previous study on the current tool (Bérubé, 2012), cutting speed was fixed at 400 m/min and feed rate at 0.254 mm/rev, these parameters have been found to optimize cutting conditions.

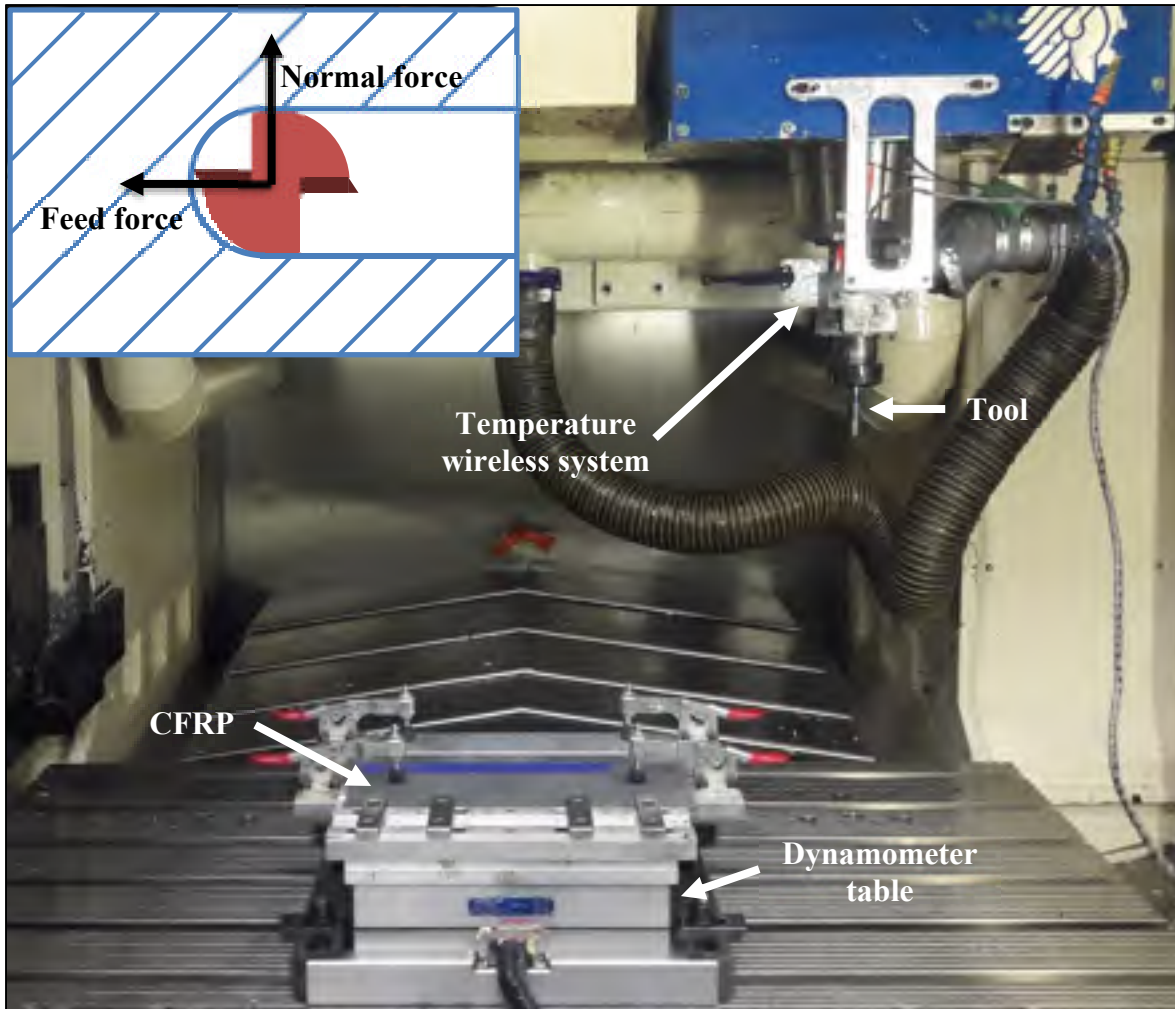
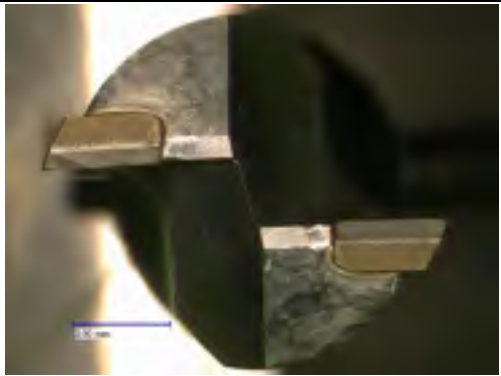


Figure 2.4 Machining setup

Two identical PCD tools were employed, one for each experimental series. Geometrical specifications are given in Table 2.2. PCD material was chosen to prevent wear effects on cutting forces and temperatures and show best tool life. Type-K thermocouples (from Omega) were bonded on both tool teeth with thermally conductive cement (Omegabond 400) to ensure good linkage (Figure 2.5). The cement was covered with an epoxy glue to protect it from separating. The smallest wire diameter available (0.08 mm) was used, to minimize response time. Thermocouples were also installed at 1.7 mm from the first CFRP ply, which is determined as the minimum distance that prevents separation (Mullier & Chatelain, 2015).

Temperatures data were obtained by a wireless thermocouple measurement system integrated in a special mandrel (M320 from Michigan Scientific).

Table 2.2 Tool geometrical specifications

Material	PCD	
Diameter	12.7mm	
Number of teeth	2	
Edge radius	20 μ m	
Rake angle	10°	
Clearance angle	10°	
Helix angle	0°	

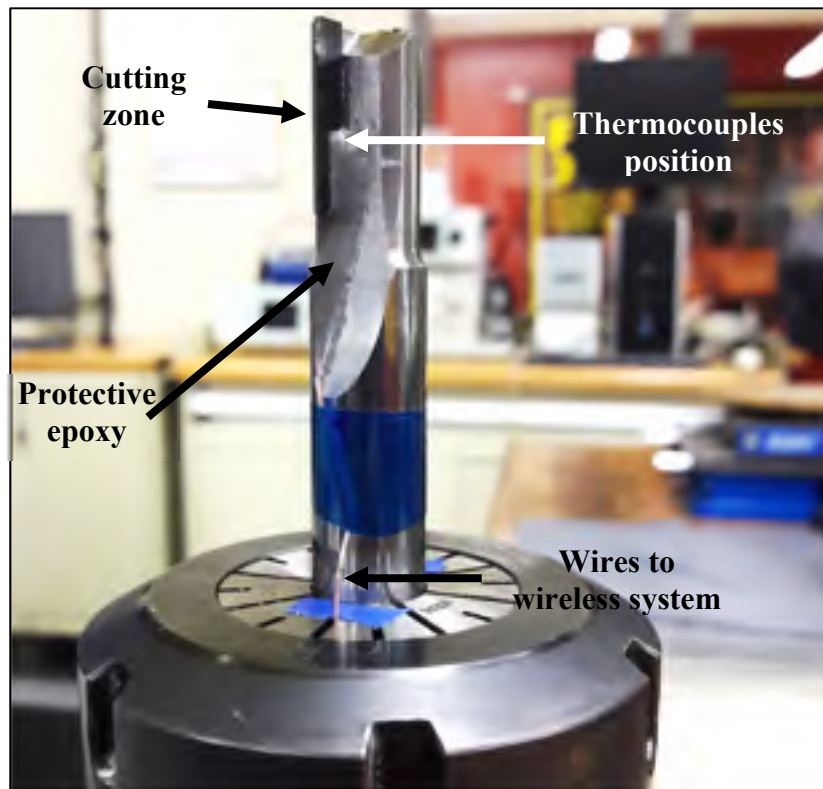


Figure 2.5 Thermocouples equipped PCD tool

2.2.3 Mechanical tests

Three-point flexural tests were carried out according to ASTM D7264. Six specimens were directly cut from each laminate. The same fiber orientation was kept (45°). The precision cutting machine used (Struers Secotom 50) equipped with a circular diamond saw allow to directly reach the geometrical tolerances demanded by the standard. A universal testing machine (MTS Alliance RF/200) was used and the crosshead speed was set at 1 mm/min until specimen breakage. Maximum flexural stress (σ_f) and flexural chord modulus of elasticity (E_f) were determined using the equations 1 and 2. As suggested by the standard, the strain range between 0.001 to 0.003 was chosen to calculate E_F .

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F_{max} \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (2.1)$$

and

$$E_f = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \quad (2.2)$$

with,

F_{max} – maximum force (N)

L – support span (mm)

b – width (mm)

h – thickness (mm)

ε – strain (mm/mm)

Interlaminar shear strength (ILSS) test is very specific to composite materials and performed as an indicator of the fiber/matrix interaction (Narkis, Chen, & Pipes, 1988). It consists of bending a short-beam specimen, so shear stress is induced into the plane of the specimen, which tends to make the plies slip on themselves. Therefore, six short-beam specimens were produced from each laminate by the same method as flexural ones. A fiber orientation of 0° along the specimen span was taken to respect the standard requirements. Tests were carried

out at a crosshead speed of 1 mm/min according to ASTM D2344 and using the same testing machine as previous. ILSS were calculated from the measured forces.

$$ILSS = 0.75 \cdot \frac{F_{max}}{A} \quad (2.3)$$

With,

F_{max} – maximum force (N)

A – Section (mm^2)

Tensile tests were only performed on the experimental series with 1% WA, because of time and economic reasons issues related to this university-industry partnership. As a high correlation with flexural test occurs, tensile tests on both experimental series were found not necessary. Specimens' preparation and test procedure followed all the directives given by ASTM D3039. Comparatively to metals, tensile tests on composite materials are quite difficult and cause some issues. Tensile specimens need to be rectangular shaped because of their high anisotropy. However, this shape makes failure occurs close to the grips instead of gage region (Hodgkinson, 2000; Materials Sciences Corporation, U. S. Army Research Laboratory, & American Society for Testing Materials, 1997; Tahir, Wang, & Matsubara, 2017). Thus, 50 mm tabs made from $[\pm 45]_{3S}$ GFRP were bonded on each side of the specimens, as recommended by the standard, to avoid grip failure occurrence. Seven 25x250 mm specimens were cut from each laminate, using a circular diamond saw, with a fiber orientation of 45° . Tensile tests were carried out on an MTS Landmark hydraulic testing machine at a head speed of 1 mm/min. The chord modulus of elasticity was determined over the strain range of 0.001 to 0.003, in accordance with the standard. An extensometer was used to allow an accurate strain measurement. Tensile strength (σ_T) and chord modulus of elasticity (E_T) were calculated from the data.

$$\sigma_T = \frac{F_{max}}{A} \quad (2.4)$$

and

$$E_T = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \quad (2.5)$$

with,

F_{\max} – maximum force (N)

A – Section (mm²)

ε – strain (mm/mm)

2.2.4 Constituent content tests

The fiber volume fractions were determined to explain the changes on mechanical properties. Three 25x40 mm rectangular specimens were cut from each laminate. Because it is required for calculation, accurate density of each sample was determined by the displacement method specified in ASTM D792. Specimens were firstly weighed in air then in demineralized water. Water temperature was measured in order to determine its density using charts given by the standard. All weight measurements were performed to the nearest 0.1 mg, as demanded by the standard. Finally, composite density was calculated according to the following equation:

$$\rho_c = \frac{M}{M - M_{water}} \cdot \rho_{water} \quad (2.6)$$

with,

M – mass (g)

M_{water} – apparent mass in water (g)

ρ_{water} – water density (g/cm³)

Composite content tests were performed according to the procedure G of ASTM D3171, which consists of matrix burn off by pyrolysis. Specimens were then burned at 540 °C for five hours in air, using a crucible. The chosen duration and temperature allowed removing all matrix without altering the fibers. The specimens were weighed before and after pyrolysis. The fiber volume content was then determined.

$$V_f = \frac{M_f}{M_i} \cdot \frac{\rho_c}{\rho_f} \quad (2.7)$$

with,

M_f – final mass (g)

M_i – initial mass (g)

ρ_f – fiber density (g/cm³)

2.3 Results and discussion

2.3.1 Fiber volume fraction

Thanks to VARTM process, fiber volume fractions are relatively high, with a mean value of 59.4%. Nevertheless, slight variations are observed on the fiber volume fraction, as shown in Figure 2.6, which are attributed to the variability of the VARTM process. This variability was also amplified by resin viscosity increase due to fillers. Indeed, changes on resin viscosity have been qualitatively observed while resins are decisive in the VARTM processes since a too high viscosity may cause higher fiber volume fractions or even do not properly impregnate the fiber fabrics (Kedari, Farah, & Hsiao, 2011; Rydarowski & Koziol, 2015). Other studies have noticed that the addition of fillers such as organoclay into the resin lead to an increased viscosity which caused variations into the fiber volume fraction of the laminate (Kanny & Mohan, 2014; Khan et al., 2010).

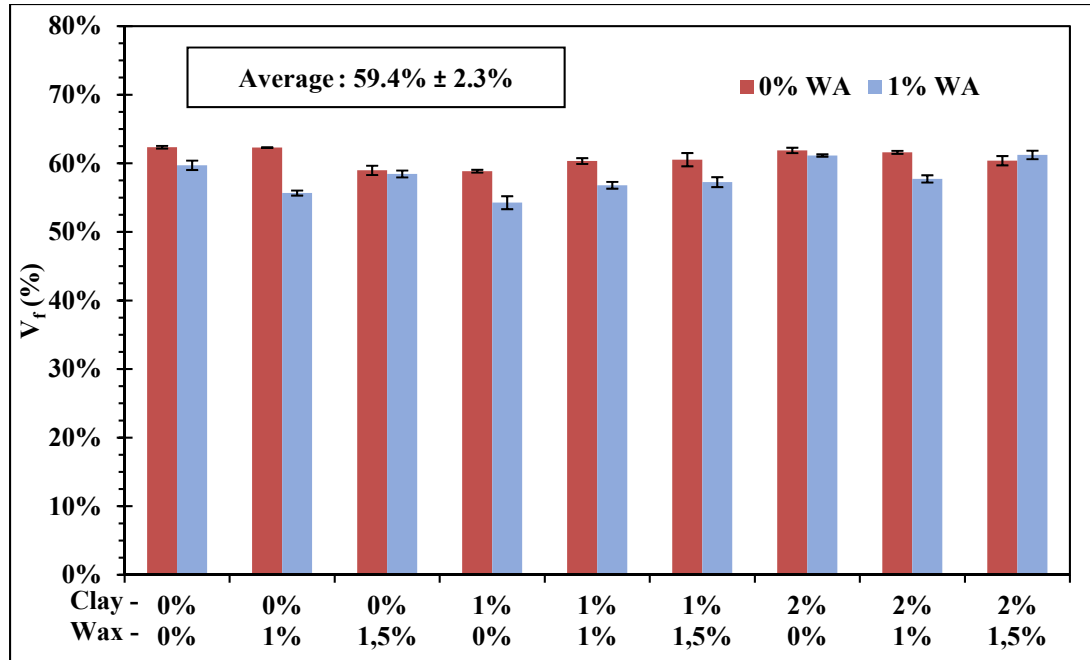


Figure 2.6 Fiber volume fraction

2.3.2 Mechanical properties

In order to examine the effects of fillers on mechanical properties, flexural, short-beam and tensile tests were performed on samples. However, since fiber volume fraction linearly affects some mechanical properties in composite materials, strength and stiffness were normalized to a V_f of 60% using the equation 8 (Materials Sciences Corporation et al., 1997).

$$\text{Normalized Value} = \text{Test Value} \cdot \frac{0.6}{V_f} \quad (2.8)$$

Normalized values bypass the fiber volume fraction effect, and allow comparison between samples. In addition, in order to properly discern significant changes in the large number of samples, an analysis of variance (ANOVA) was performed. For all mechanical tests, the ANOVAs have allowed to accept the hypothesis that average values differ between samples, with a p-value lower than 0.05%.

Flexural tests were performed on both experimental series, with and without wetting agent. Normalized flexural strength and stiffness are shown in Figure 2.7 and Figure 2.8 respectively. For both flexural strength and stiffness, no trend between mechanical properties and fillers concentrations is distinguishable, no mathematical modeling has been found neither. Indeed, all samples show relatively close values, and only a few samples are stated as significantly different from others by the ANOVA. Comparatively to the neat epoxy, a significant improvement on strength is observed for the sample with 1% wax and 1% WA. This result was not awaited since wax is not known to improve mechanical properties, but is ordinarily only used for lubrication needs (Lutz, 1989; Seymour, 1991). However, this sample does not lead to the same improvement on stiffness where the neat epoxy remains statistically equal or stiffer than others. Variations between both experimental series are seen on strength which means that WA may have interactions with clay and wax, in contrary of stiffness, where WA has no influence. Mechanical properties are generally improved in polymers by addition of particles which help to block the deformation under load (Seymour, 1991). Such a behavior was expected from clay which was awaited to increase mechanical properties more significantly, as observed by others (Chowdhury et al., 2006; Tcherbi-Narteh et al., 2010; Zhou et al., 2007). This is not due to interaction with other fillers, because even samples with only clay/epoxy are not changed. It might be due to the kind of phyllosilicate present in the current additive. More experiments should be carried out with other organoclays additives to confirm this hypothesis. However, despite the three filler addition, almost none of the samples show significant decrease of the flexural properties.

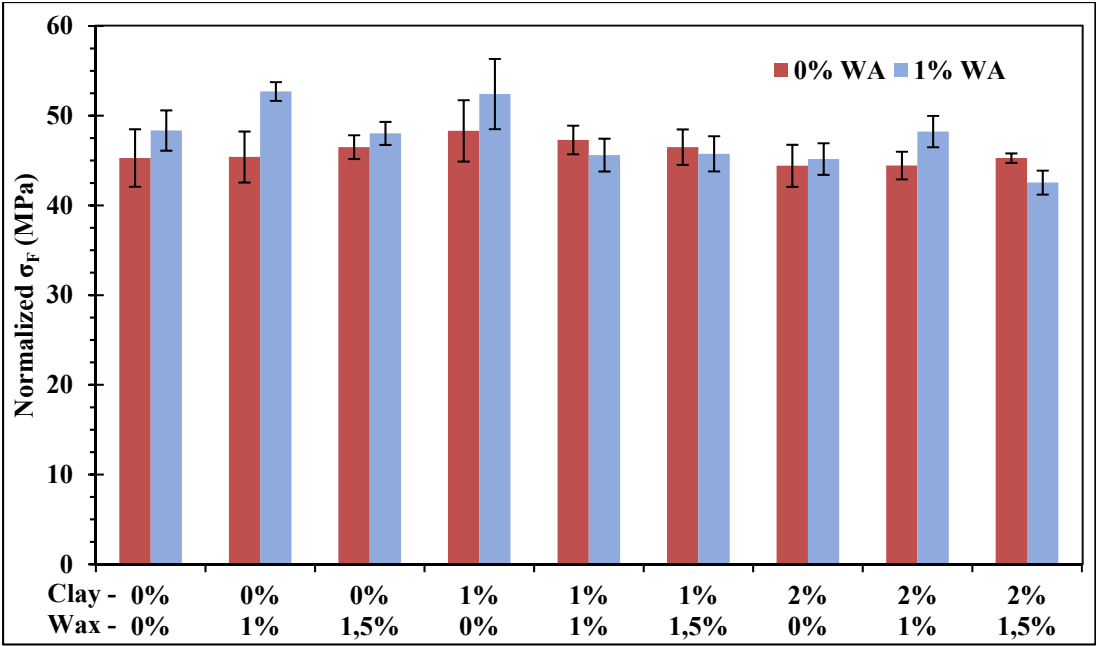


Figure 2.7 Normalized maximal flexural stress changes with fillers without and with wetting agent (WA)

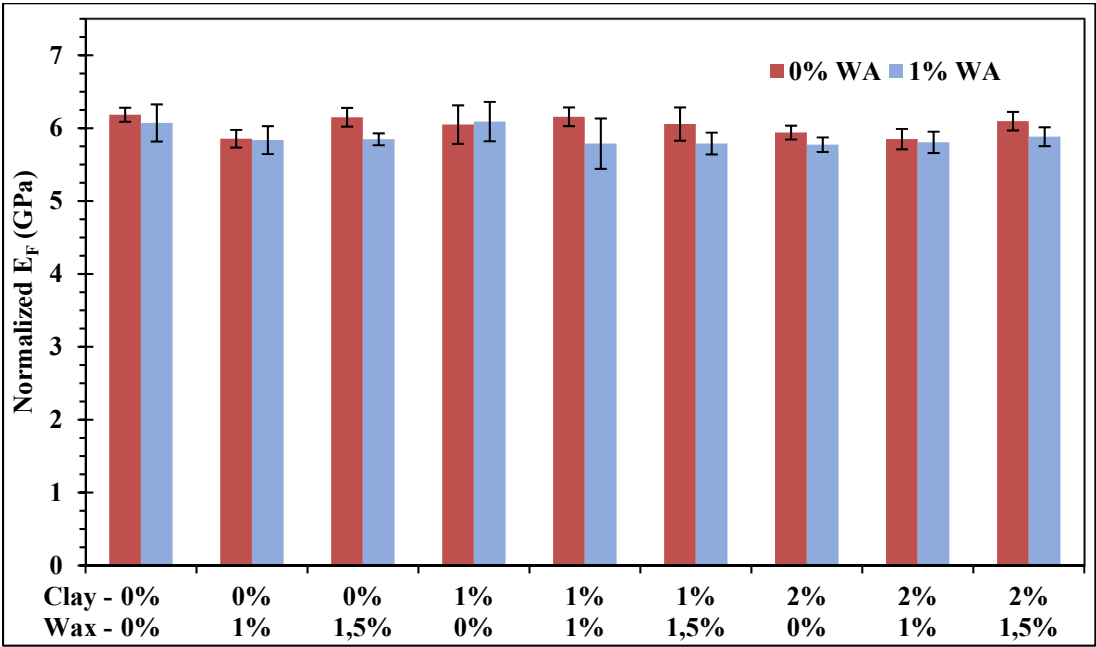


Figure 2.8 Normalized flexural chord modulus of elasticity changes with fillers without and with wetting agent (WA)

Short-beam tests were performed in order to investigate the effects of fillers on the fiber/matrix interaction. ILSS are presented in Figure 2.9 with and without WA, data are not normalized here since short beam strength is not a fiber fraction dominated value (Materials Sciences Corporation et al., 1997). Contrary to flexural tests, clay show to have a tendency to increase ILSS. Comparatively to the neat epoxy, an addition of 1% clay lead to a significant ILSS improvement of 5%. Similarly, 2% clay gives the best results despite the large uncertainties. Organoclays are well known to provide a better bonding between fiber and matrix and the present observation joins the conclusions made by other studies (Chowdhury et al., 2006; Quaresimin et al., 2012). However, as presumed before, WA have an interaction with clay, since the same concentrations are not statistically different to the reference in the second experimental series. As observed for flexural tests, the sample with 1% wax and 1% WA is also statistically significant on ILSS.

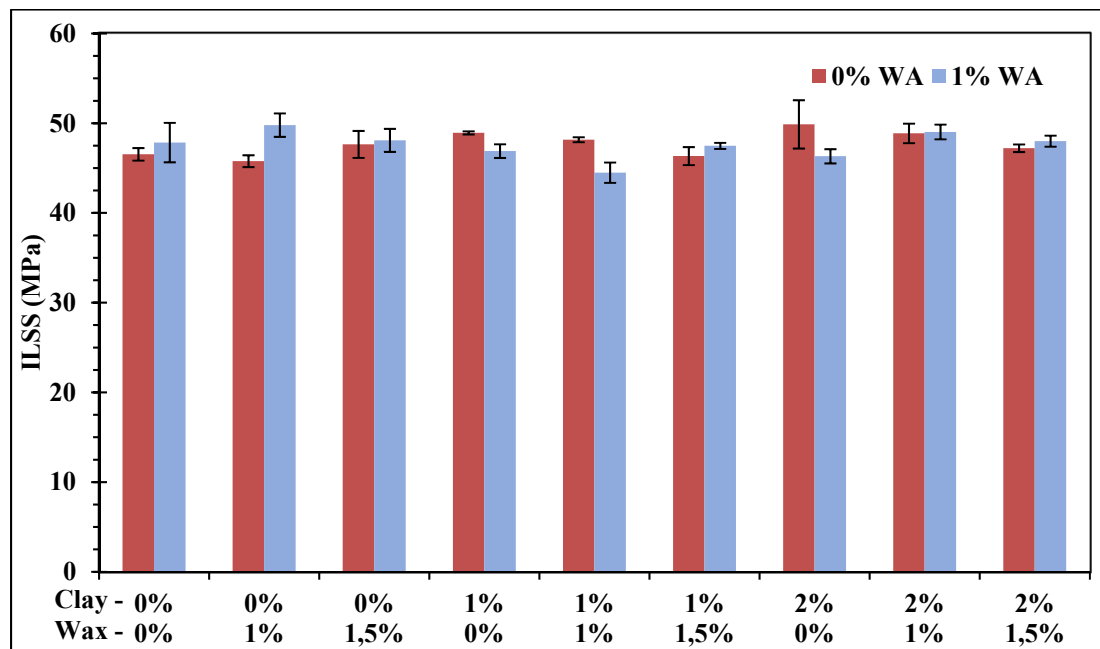


Figure 2.9 Interlaminar shear strength changes with and without wetting agent (WA)

Tensile tests are generally useful to determine the intrinsic mechanical properties of a material (Hodgkinson, 2000). Tensile tests were performed on the 1% WA experimental

series. Figure 2.10 shows normalized stresses and chord modules of elasticity. These tests reveal conclusions close to the flexural ones. Both shows similar trends and the ANOVAs revealed the same significant samples than previously, such as the sample with 1% wax and 1% WA which also improve tensile strength. The similarity between both tests can be seen in Figure 2.11 where a positive correlation between the flexural and tensile chord modulus of elasticity appears. This observation is explained by the traction/compression, which occurs into flexural specimens while bending. Other authors have demonstrated the possibility to estimate tensile properties through the flexural test which is easier to perform (Almerich, Fenollosa, & Cabrera, 2015; Arczewska, Polak, & Penlidis, 2019). Because of this high correlation as well as time and economic issues related to this university-industry partnership study, the implementation of the tensile tests were not performed on the 0% WA experimental series. As proposed by the industrial partner, this study aims to investigate the effect of fillers on CFRP. Thus, flexural tests alone are enough to have a preview of fillers effect on mechanical properties in the present study. Deeper measurements of tensile properties will be done in further studies.

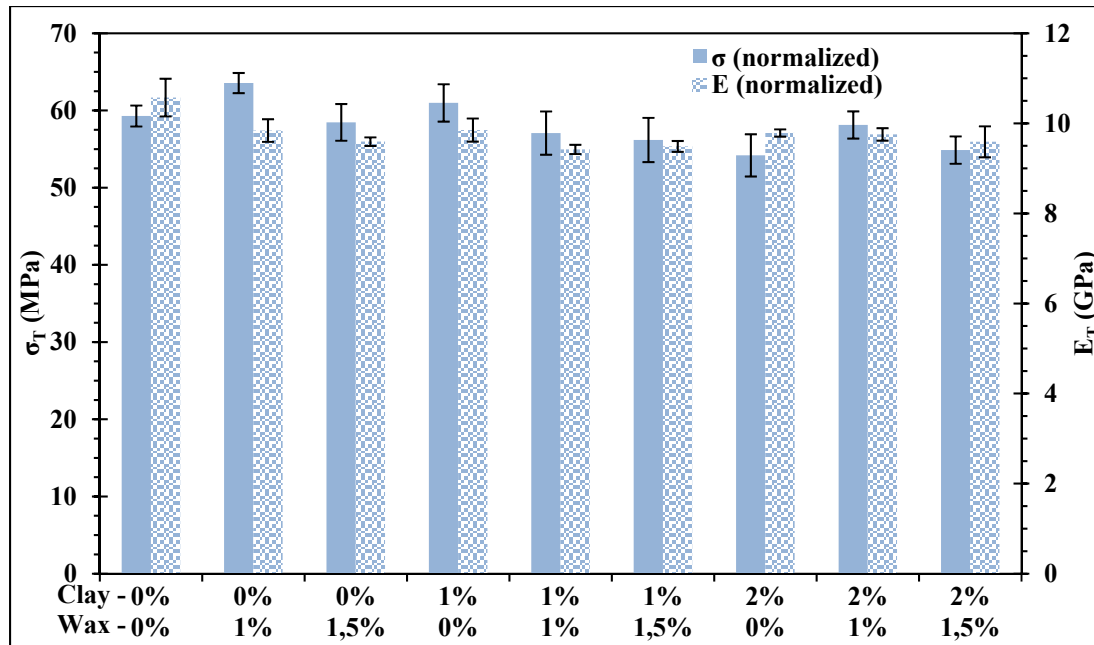


Figure 2.10 Normalized tensile stress and chord modulus of elasticity (1% WA)

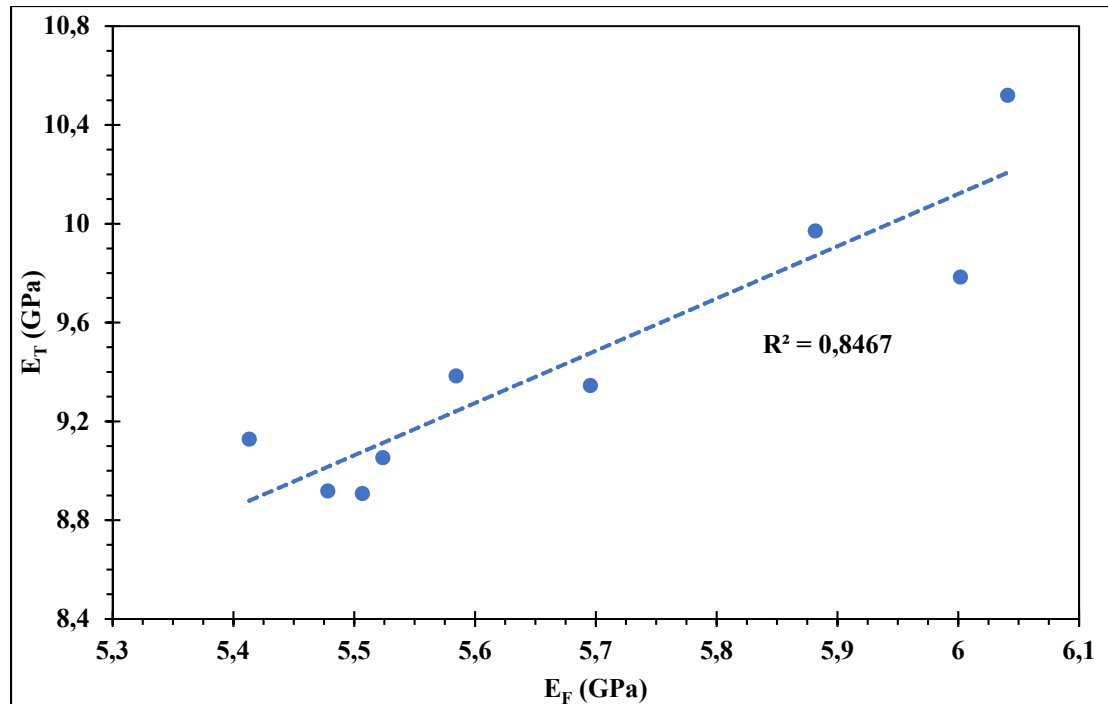


Figure 2.11 Correlation between flexural and tensile modulus of elasticity

2.3.3 Machinability

Given that PCD provides the best tool life (Davim, 2010) and that the total cutting length is relatively low for our tests, effect of tool wear on forces and temperatures was assumed negligible. Inspection of the tools wear confirm this hypothesis, almost no wear is apparent after all machining tests.

Cutting forces are generally considered as one of the main machinability indicators (Trent & Wright, 2000). Reduced forces are great since they allow softening the cutting mechanism and slowing down the tool wear. Forces are measured during cutting using the dynamometer table, on both feed and normal direction and are presented in Figure 2.12. The normal and feed forces show similar tendencies, a correlation coefficient of 95.7% is calculated between both forces. Normal forces are nevertheless lower than feed forces. Depending on the concentration of fillers, differences are observed between the samples. Almost all concentrations allow to obtain forces lower than the neat epoxy reference. Wetting agent

decreases the forces. Samples from the experimental series with 1% WA are lower comparatively to the second experimental series. All samples with 1% wax show reduced forces whatever the nanoclay content. However, at a concentration of 1.5% forces increase back. Hence, a wax concentration of 1% seems to be an optimized percentage. Organoclay also have a capability to improve machinability. It is observed that more the concentration is high more the forces are reduced. The best improvement was seen for a concentration of 2% of organoclay, 1% wax and 1% WA into the matrix according to the present results. Comparatively to the neat epoxy sample, this concentration allows to decrease the feed force by 37% and the normal force by 15%.

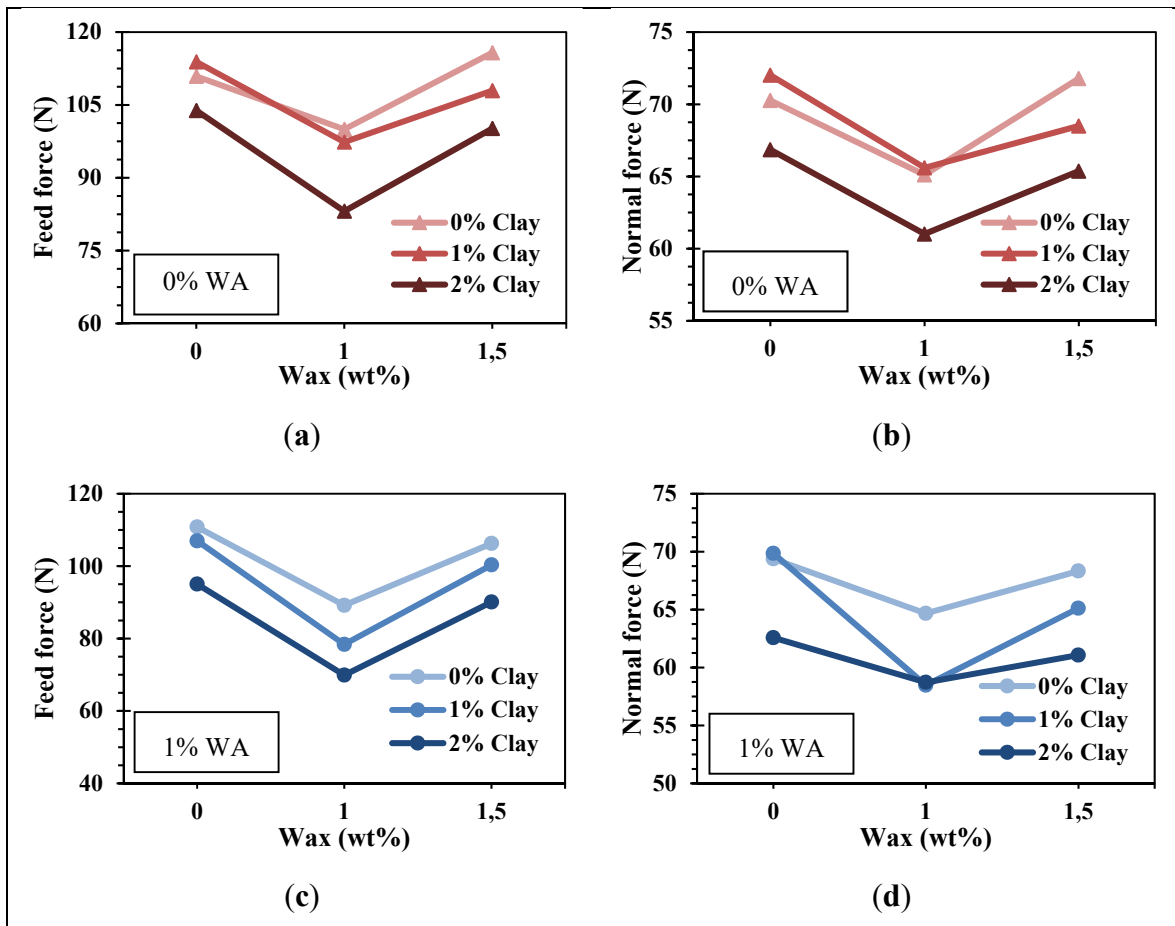


Figure 2.12 Cutting forces changes with fillers without (a,b) and with (c,d) wetting agent (WA)

Cutting temperatures are an important point in CFRP machining because of the sensibility of polymers to heat. Typical temperature curves measured through the thermocouples are shown in Figure 2.13. Once tool starts to cut, temperatures rapidly increase and then show a tendency to converge towards a final value. The cutting length is not long enough to reach the final temperatures, but differences between samples are nonetheless seen at the end of the test. As expected, even with a new PCD tool, cutting temperature exceeds 170 °C after only 300 mm of machining, while most epoxy have a glass transition temperature of about 160 °C (Bathias & Wolff, 2005; Seymour, 1991). Damages may then happen on the surface while cutting, and confirm the relevance of thermal aspect problematic during CFRP machining.

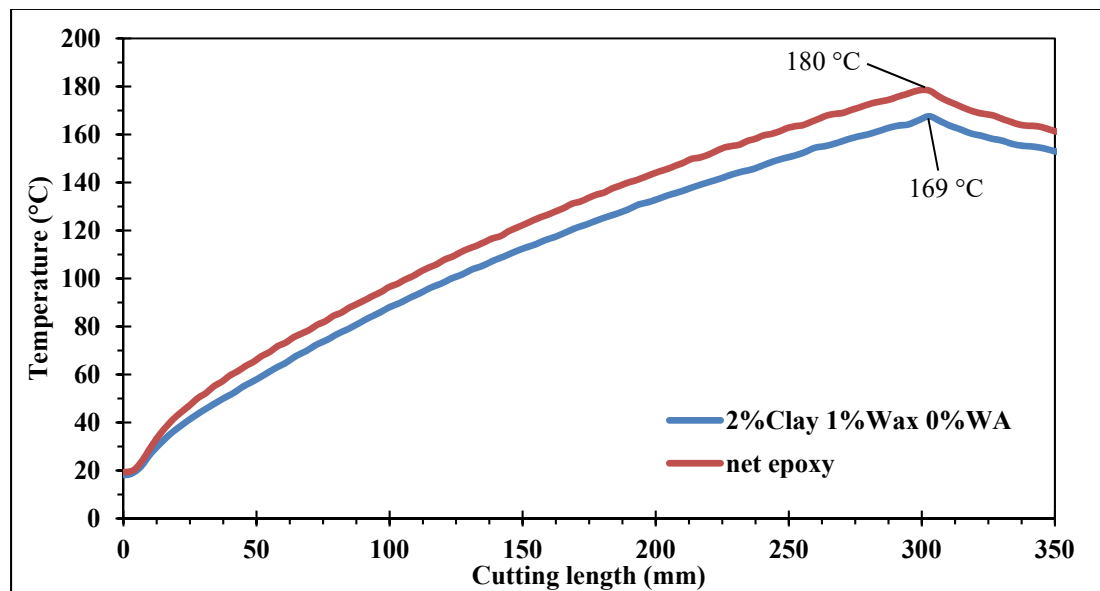


Figure 2.13 Typical tool temperature while cutting

Given that all CFRP laminates were trimmed precisely at the same width, the final temperatures measured (at a cutting length of 300 mm) are thereafter used to compare samples. An influence of fillers on temperatures is visible (Figure 2.14). Both experimental series have the same tendencies but are shifted by about a few degrees. No interactions of wetting agent on temperatures can be asserted, the lag between the series with and without wetting agent is explained by tool change. Two identical tools are used for this study, one for each experimental series. Because of their tiny size, thermocouples are difficult to place

precisely on the tools. Thermal responses are hence slightly different between both tools. However, variations into each experimental series are confident since the tool used does not change. Independently of WA, lower temperatures are nevertheless observed for all the combinations that have a concentration of 1% wax or 2% clay. As noticed for forces, the best improvements on temperatures are obtained by the samples with 1% wax and 2% clay. A drop of 11 °C and 18 °C is respectively observed for the 0% WA and 1% WA series with this combination.

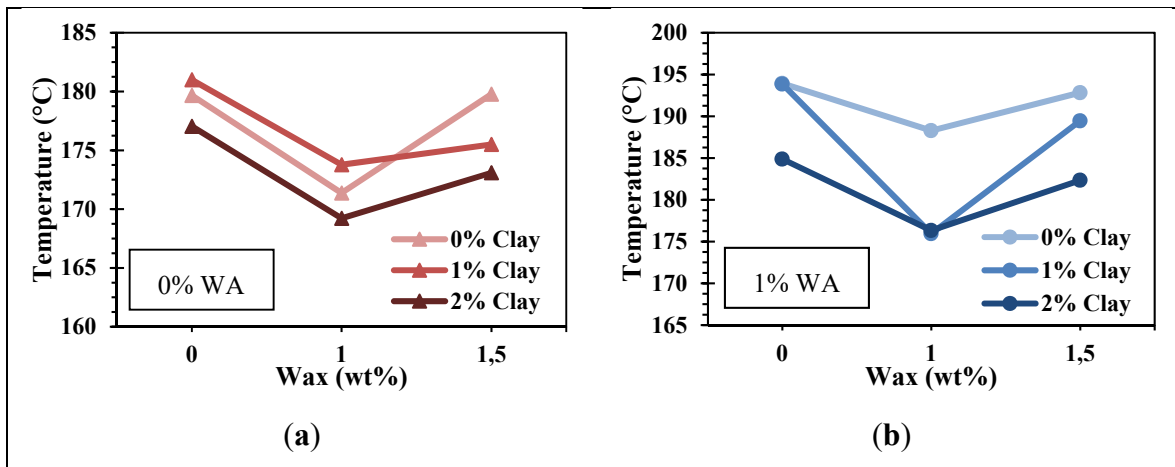


Figure 2.14 Maximum temperatures changes with fillers without (a) and with (b) wetting agent (WA)

Temperatures seem to follow the same trends as normal forces. To investigate this relation, temperature in function of normal force is traced on Figure 2.15. Temperatures are clearly separated into two groups, depending on the experimental series. As explained previously, both tools used are identical but the groups formed are due to the difference in thermocouple response. The more suitable hypothesis is that even if thermocouples were bonded with care, they probably were situated a bit closer to the surface of the tool. Thus, tool B used for the 1% WA series presumably have a better thermal bonding with the thermocouples than tool A. This hypothesis explains why higher temperatures are obtained with WA. A strong correlation exists between temperatures and forces. Temperatures increase linearly with normal forces. This result allows confirming the hypothesis that heat is mainly produced by friction, which is commonly assumed in CFRP machining (Ghafari-zadeh, Lebrun, et al.,

2016; Xu et al., 2018). This also helps to understand how temperatures are decreased. Fillers have actually no direct effect on temperatures but on forces. By decreasing the forces, lower temperatures are obtained.

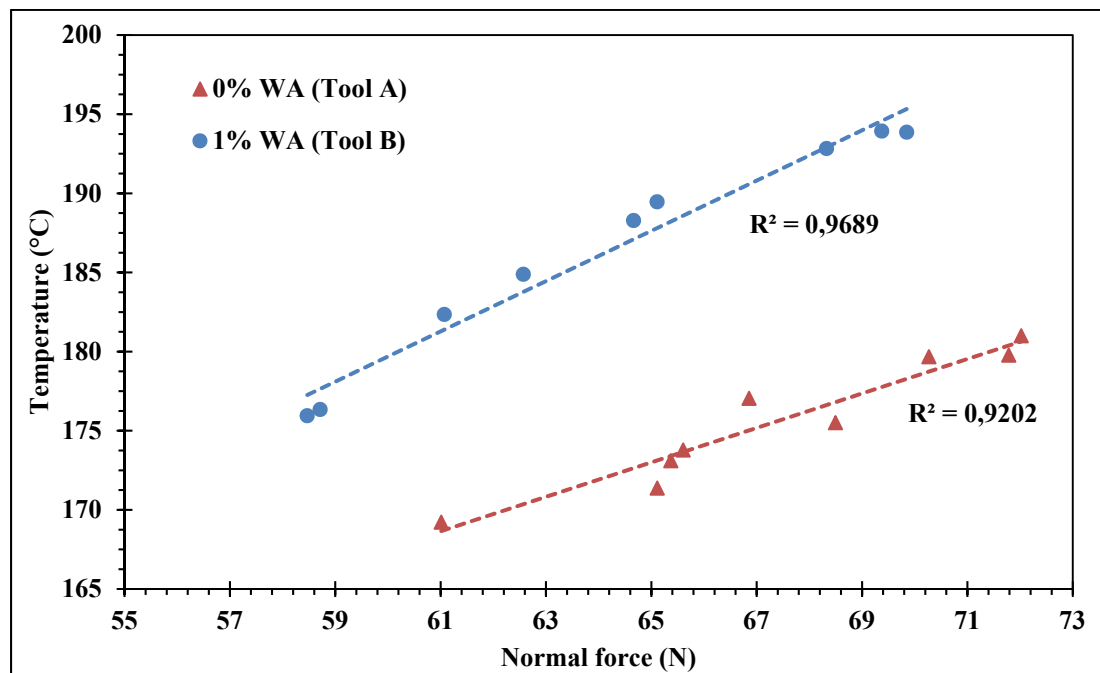


Figure 2.15 Correlation between temperatures and forces

2.4 Conclusion

In this study, CFRP plaques were made using an epoxy resin filled with nano organoclay, wax and a wetting agent. Machining tests were carried out using thermocouples fixed to PCD tools, in order to investigate the machinability of the fabricated CFRP, while mechanical tests were carried out to inspect changes on mechanical properties. According to the presented results, the following conclusions are made:

- Without wetting agent, a concentration of 2wt% of organoclay improves the fiber/matrix interface of the CFRP. At this concentration, ILSS has been increased about 7%.

- Tool temperatures quickly exceed matrix glass transition temperature, even with a new sharp tool. Attention on the thermal aspect should be taken during composite machining.
- Independently of clay concentration, 1wt% of wax into the epoxy matrix decrease cutting forces and temperatures. Organoclay effect is less important than wax but also allow increasing machinability at a concentration of 2wt%. The best improvement is observed with 2% organoclay, 1% wax and 1% WA which allow to decrease feed forces by 37%, normal forces by 15% and temperatures by 18 °C.
- A strong correlation exists between normal forces and temperatures. This correlation proves that heat is generated largely by friction at the tool/workpiece interface, in CFRP machining. The temperature decreases are hence fallout of the reduced forces allowed by the additives.
- The laminates filled with additives have a better machinability without altering their mechanical properties.

Acknowledgments: We sincerely thank Mr. Claude-Daniel Legault, Mr. Nabil Mazeghrane and Mr. Éric Marcoux who provided technical assistance during this research.

CHAPITRE 3

EFFECT OF GRAPHENE ON MACHINABILITY OF GLASS FIBER REINFORCED POLYMER (GFRP)

Khalid El-Ghaoui ^a,
Jean-François Chatelain ^a et Claudiane Ouellet-Plamondon ^a

^a École de Technologie Supérieure, 1100 rue Notre-Dame Ouest,
Montréal (QC), H3C 1K3, Canada

Article soumis pour publication dans « Journal of Manufacturing and Materials Processing »,
juin 2019

ABSTRACT

Glass fiber reinforced polymers (GFRP) are used extensively in many industries because of their low cost and high mechanical properties. Even if composite manufacturing processes are well controlled and allow to fabricate near net shapes, machining operations are still necessary to complete the manufacturing. As a composite material, GFRP machining remains difficult because of its heterogeneous and anisotropic character. This work intends to investigate the effect of graphene addition to the epoxy matrix of GFRP on its machinability. The epoxy was filled with 1 wt% graphene by mixing, sonicating and then used to produce unidirectional GFRP laminate by hand layup methods. Thermocouples were bonded on a chemical vapor deposition (CVD) diamond coated tool in order to record cutting temperatures during the trimming process. The cutting forces were recorded and the resulting surface roughness after trimming was measured to qualify properly the machinability of the modified GFRP. Compared to the reference material (GFRP without graphene), the additive improved the machining process by decreasing the cutting temperature and forces as well as the surface roughness without deteriorating the inter-laminar shear strength.

Keywords: FRP, composite, machining, graphene, cutting temperature

3.1 Introduction

Thanks to their low density, fiber reinforced polymers (FRP) are widely used in many manufacturing applications. Glass fiber reinforced polymers (GFRP) represent more than 90% of the FRP industry. Its low cost and its good chemical stability are appreciated, especially in the automotive and marine industrial sectors (Bathias & Wolff, 2005). Even though GFRP parts are generally made to near net shapes, machining operations such as drilling and milling, are nevertheless required to respect dimensional and geometric tolerances. Machining of composite materials is still not well mastered and is different from machining metallic materials. The heterogeneous and anisotropic nature brought by the fiber causes many difficulties and issues during the machining processes. The cutting mechanisms are hardly understandable and depend highly on the fiber orientation (Davim, 2010).

Mechanical damages, such as uncut fibers, fiber pull-out, matrix cracking and delamination may be found depending on the fiber orientation, the cutting tool type and the machining parameters (Hintze et al., 2011; C. Wang et al., 2017; X. M. Wang & Zhang, 2003). These damages lead to poor surface integrity of the machined surface, craters generated by fiber pull-out cause an excessive roughness and precocious mechanical failure may happen because of the cracking of matrix materials (C. Wang et al., 2017). The apparition of deteriorations can be explained through analysis of the chip removal mechanism, which occurs for fiber orientation between 0° and -90° with respect to the cutting direction. As illustrated in Figure 3.1, these orientations do not allow a strong maintaining of the fibers, which tend to bend under the cutting forces during machining. Compression into the fiber axis is also created by the tool and makes the fiber breakage difficult to happen. Fiber/matrix break-up occurs at the tool cutting edge. Until chip separation, break-up propagates beneath the machined surface (Lasri et al., 2009; X. M. Wang & Zhang, 2003).

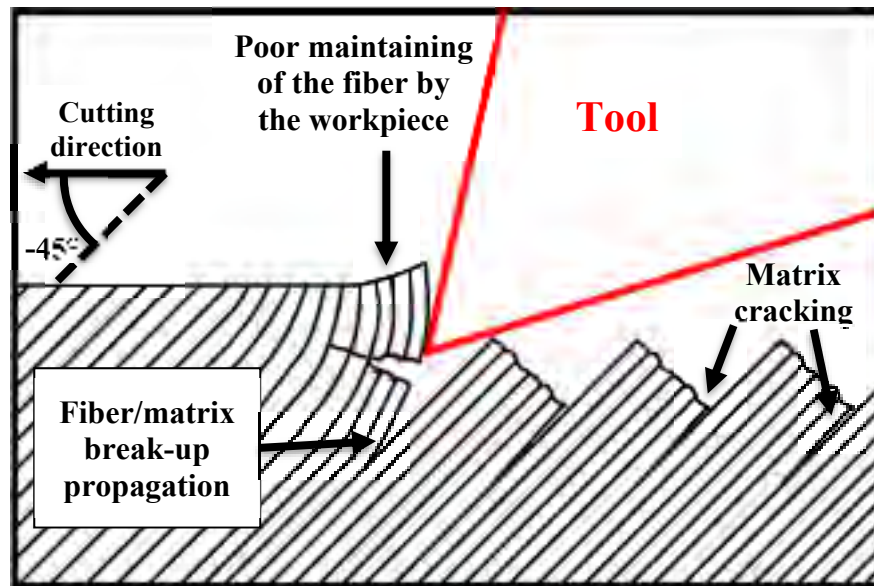


Figure 3.1 Cutting mechanism of FRP with an -45° fiber orientation

In recent years, thermal behavior of FRP machining has retained the attention of researchers. Thermal damages are observed on the machined surface when temperature rises high enough to exceed the matrix glass transition temperature. A poor quality of the machined surface is therefore induced, matrix is inconsistently spread, and fibers are messy (Hamedanianpour & Chatelain, 2013; Yashiro et al., 2013). Machining at high temperature also promotes premature failure and significant decrease in mechanical properties (Delahaigue et al., 2017; Mullier & Chatelain, 2015). Unlike metals, FRP chip separation occurs by brittle fracture which generates negligible thermal energy, and because of the chips powder nature, friction at the tool rake face is also considered as negligible. The temperature rise is then mainly explained by the friction, which takes place at the tool/workpiece interface (Ghafarizadeh, Lebrun, et al., 2016; Xu et al., 2018). Usually in dry machining of metallic materials, the heat produced by the cutting process is evacuated through the chips, the workpiece and the cutting tool. However, in FRP machining, the heat is mainly evacuated by the tool and lesser by the chips since these materials have poor thermal conductivity (Sheikh-Ahmad et al., 2019).

Friction on the workpiece leads to a rapid growth of tool wear in addition to causing high temperatures during the process. Wear is a serious problem in FRP machining since it leads to more mechanical and thermal damages. The cutting process becomes less efficient and fiber cut is no longer clean because of the tool bluntness (Slamani et al., 2018). Considering the high abrasiveness character of fiber, wear is widely predominant on the tool clearance face where the friction takes place with the workpiece. No wear occurs on the tool rake face, since the powder nature of chips does not create friction at the tool/chip interface (Mkaddem et al., 2013). Tools such as polycrystalline diamonds (PCD) or diamond coated carbides are commonly used for FRP machining since they show better resistance to wear (Davim, 2010). Optimizing the cutting conditions can also significantly minimize the tool wear growth (Azmi et al., 2013; Hamedanianpour & Chatelain, 2013). Despite all the improvements made, FRP machining still remains expensive because of the cost and the short lifetime of the cutting tools.

Synthesized for the first time in 2004, graphene actually defines a unique layer of the hexagonal arrangement of graphite (Geim & Novoselov, 2007). Thanks to its particular 2D structure, graphene shows a high specific surface area and astonishing properties. It is currently the most conductive and resistant material known (Balandin et al., 2008; Lee et al., 2008). Graphene applications are very promising, since new low-cost manufacturing methods were developed (Choi et al., 2010). One of the most promising applications is its use as filler into polymers. Graphene based nanocomposites have shown significant improvement on electrical and thermal conductivity as well as mechanical properties (Lentzakis et al., 2017; Moghimian et al., 2017; Zhang et al., 2018).

Over the last decade, many studies have been carried out on FRP machining. Different ways to enhance machinability have been investigated, such as cutting conditions, fiber orientation, tools material and tools geometry. However, barely no studies have considered improving machining behavior by adding fillers into the matrix. This study innovates in investigating the effects of a graphene filled matrix on the machinability of GFRP. Thanks to its high

thermal conductivity, graphene is expected to lower cutting temperatures, and hence reduce thermal damage occurrence and extend tool lives.

3.2 Methodology

3.2.1 Materials preparation

Material preparation begins with the filling of the epoxy resin (Marine 820 from Axson Technologies) with graphene. Graphene concentration was fixed at 1wt%, higher percentages have been found to deteriorate mechanical properties since the particles tend to agglomerate (Chhetri et al., 2018; Kamar et al., 2015; Pathak et al., 2016) and may also cause an increase of the resin viscosity, making the resin incompatible with the GFRP fabrication process. A commercially available graphene was used for this study (GrapheneBlack 0X) and supplied by NanoXplore Inc. Graphene was first mixed directly into the resin for 30 minutes at 3500 rpm using a Silverson L5M-A high-shear mechanical stirrer to disperse homogeneously the particles into the matrix. Then, the graphene filled resin was sonicated with a Qsonica Q700 sonicator for one hour at a frequency of 20 kHz. Sonication is an important stage in resin filling processes, especially when platelets-like nanoparticles are added. This method helps the particles exfoliation, which is important to obtain a high interaction with the polymer. To limit the temperature rising due to the mechanical mixing and sonication, the solution was placed in an iced water bath during the preparation. The resin was then degassed for one hour to extract air bubbles generated by the previous mixing methods. Finally, the hardener was added and manually mixed with the resin respecting the proportions of 100:18 given by the supplier.

To avoid the graphene filtration by fibers and ensure a homogeneous dispersion into the composite, GFRP was prepared by the hand layup method. Unidirectional glass fiber fabrics (TG-13-U from Texonic) were successively deposited and impregnated in the resin until the desired thickness was obtained. The laminate was vacuum bagged during the cure to remove excess resin and limit the human influence factor. A second laminate was made following the same process with net epoxy to allow comparison. Both laminates had a thickness of about

3.4 mm. The laminate became completely opaque and black because of the resin coloration by graphene. Comparison between both laminates and resins are illustrated in Figure 3.2.

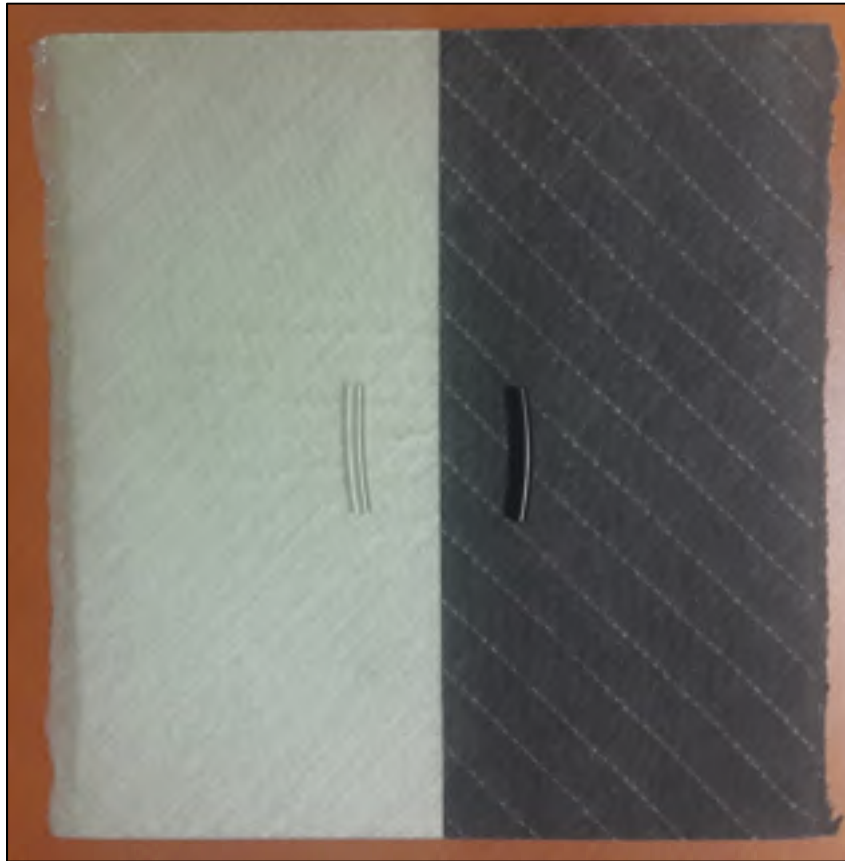


Figure 3.2 Plaques with net epoxy (left) and 1 wt% graphene addition to epoxy (right) and their respective epoxy

3.2.2 Machining tests

Both laminates were machined using a Huron K2X10 three-axis CNC machine. As illustrated in Figure 3.4, the plaques were fixed on a Kistler 9255B dynamometer table in order to measure cutting forces. Milling was carried out in dry conditions with the fiber orientation of -45° with respect to the cutting direction. This orientation was selected since it has been found the worst case in terms of roughness and material integrity of the laminate following the cutting process (Chatelain, Zaghbani, & Monier, 2012; Slamani et al., 2018; C. Wang et al., 2017). Since this study aims to investigate the effect of graphene, cutting conditions were

kept constant. The feed rate was set at 0.114 mm/rev while the cutting speed was set at 300 m/min, for which previous studies demonstrated higher cutting tool life and best quality of cut (Bérubé, 2012; Hamedanianpour & Chatelain, 2013). The machining process was trimming (full engaged tool) along the laminates over a 300 mm length. Two machining sequences were performed on each laminate. The running order of the machining sequences was taken to alternate both laminates (Figure 3.3). Thereby ensuring that tool wear, which may occur during the first test, is not responsible for the temperature and force increase observed in the second one. Taking a new tool for each test was not viable since variations on the thermal response could bias the temperature comparisons.

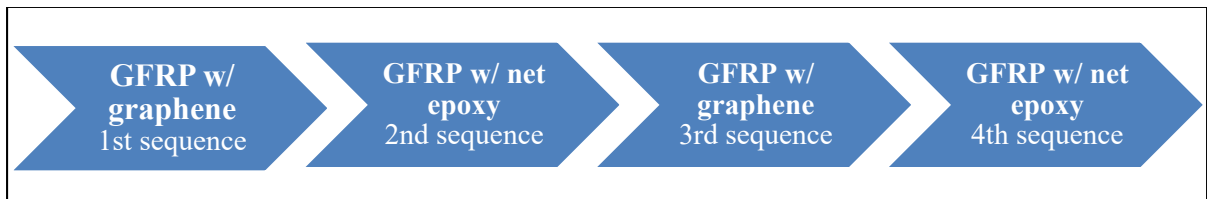


Figure 3.3 Running order of the machining sequences

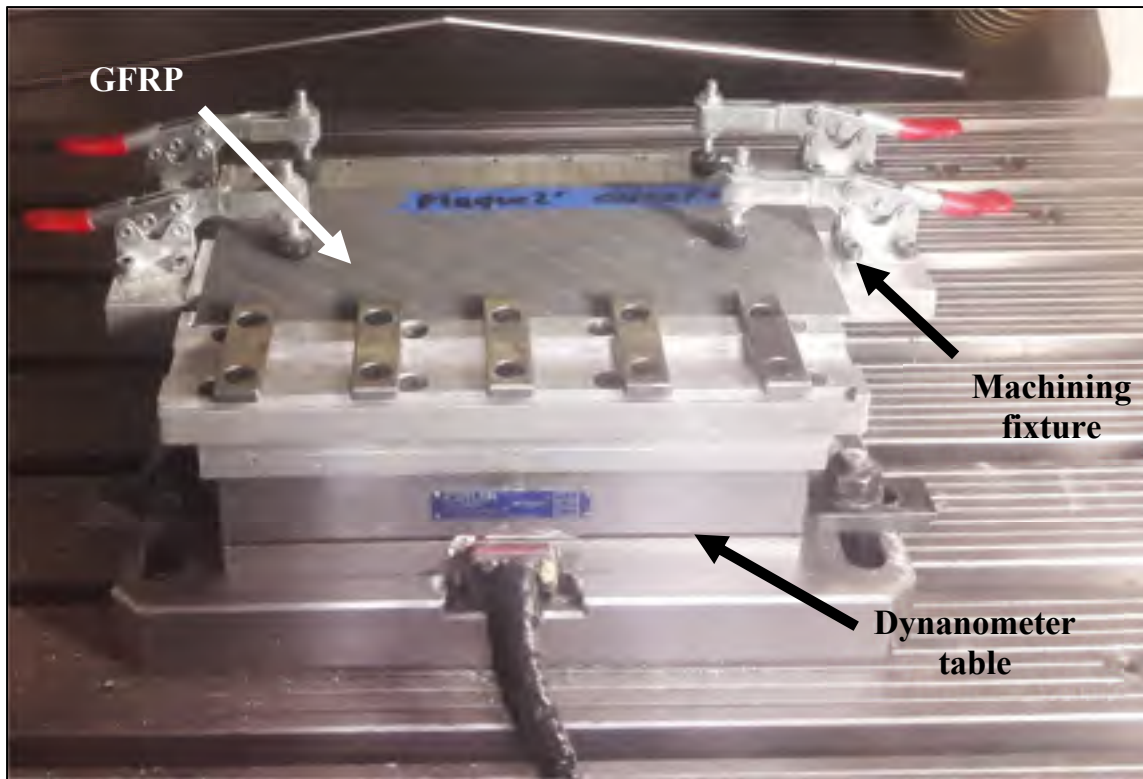


Figure 3.4 GFRP machining setup

Machining tests were performed with chemical vapor deposition (CVD) diamond coated tools equipped with thermocouples to measure the cutting temperatures. The specifications of the cutting tool are indicated in Table 3.1. Two thermocouples (Type-K from Omega) were positioned at the same height on two diametrically opposed teeth of the tool (Figure 3.5). Given that the machining test duration is only about 15 seconds, precautions were taken to optimize thermal response and hence allow a more accurate and rapid measurement. Thermocouple wire diameter of 0.08 mm was used, since it is the smallest available. Thermal linkage between the tool and the thermocouple was assured by an Omegabond 400 cement, which presents a high thermal conductivity. To prevent them from debonding while machining, thermocouples and cement were entirely protected using an epoxy adhesive. A distance of 2.2 mm was set between the thermocouples and the upper laminate's face. This distance was selected based on several tests in order to avoid thermocouples snatching. Finally, the thermocouples were connected to a temperature measurement system placed into

the mandrel. This special mandrel (type M320) from MICHIGAN SCIENTIFIC Corp. allows the temperature signal transmission through a wireless system.

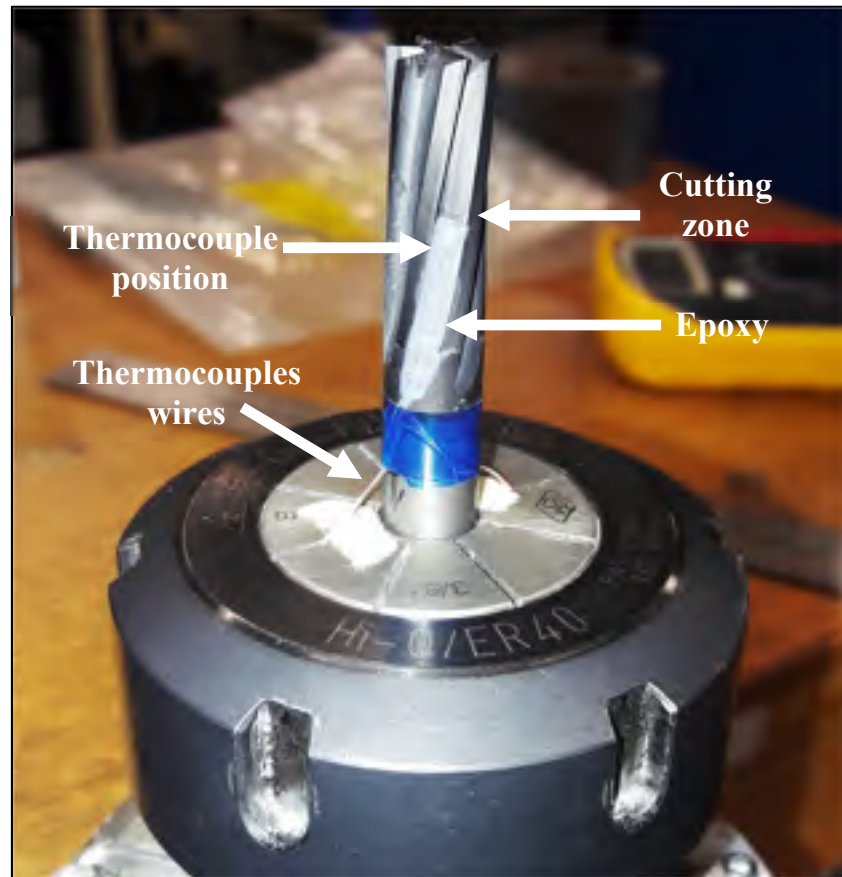


Figure 3.5 Equipped tool

Table 3.1 Tool and cutting parameters

Material	Diameter	Number of teeth	Helix angle	Cutting speed	Feed
Diamond coated carbide (CVD)	3/8"	6	10°	300 m/min	0.114 mm/rev

3.2.3 Roughness measurement

Roughness measurement was performed using a Mitutoyo SJ-410 profilometer. Because the tool was fully engaged, two machined surfaces were produced during milling. Considering

that down milling is not recommended in FRP machining (Delahaigue et al., 2017; C. Wang et al., 2017), only the edges machined by up milling were considered for the roughness measurements. Roughness determination on machined FRP is known to be quite difficult because of low repeatability of the measurements. In order to avoid large uncertainties, roughness measurements were therefore taken at seven different positions on each machined surface. Profilometer settings were selected according to the ISO 4284-1997 standard and are specified in Table 3.2.

Table 3.2 Profilometer settings

Parameter	Ra
Sampling length	2.5 mm
Cut-off	2.5 mm
Number of measures	8
Evaluation length	20 mm
Number of points	40000

3.2.4 Short-beam tests

Fiber/matrix interaction is quite relevant in FRP machining since chips removal process starts at this interface (Lasri et al., 2009; X. M. Wang & Zhang, 2003). In order to investigate this interaction, inter-laminar shear strength (ILSS) measurement through short-beam test was done. The experiment was performed according to the ASTM D2344 standard. Five rectangular specimens were cut on each laminate with a fiber orientation of 0° using a diamond saw. The tests were carried out using an MTS Alliance RF/200 universal testing machine at a crosshead speed set at 1 mm/min (Figure 3.6). ILSS was calculated from the maximal recorded forces.

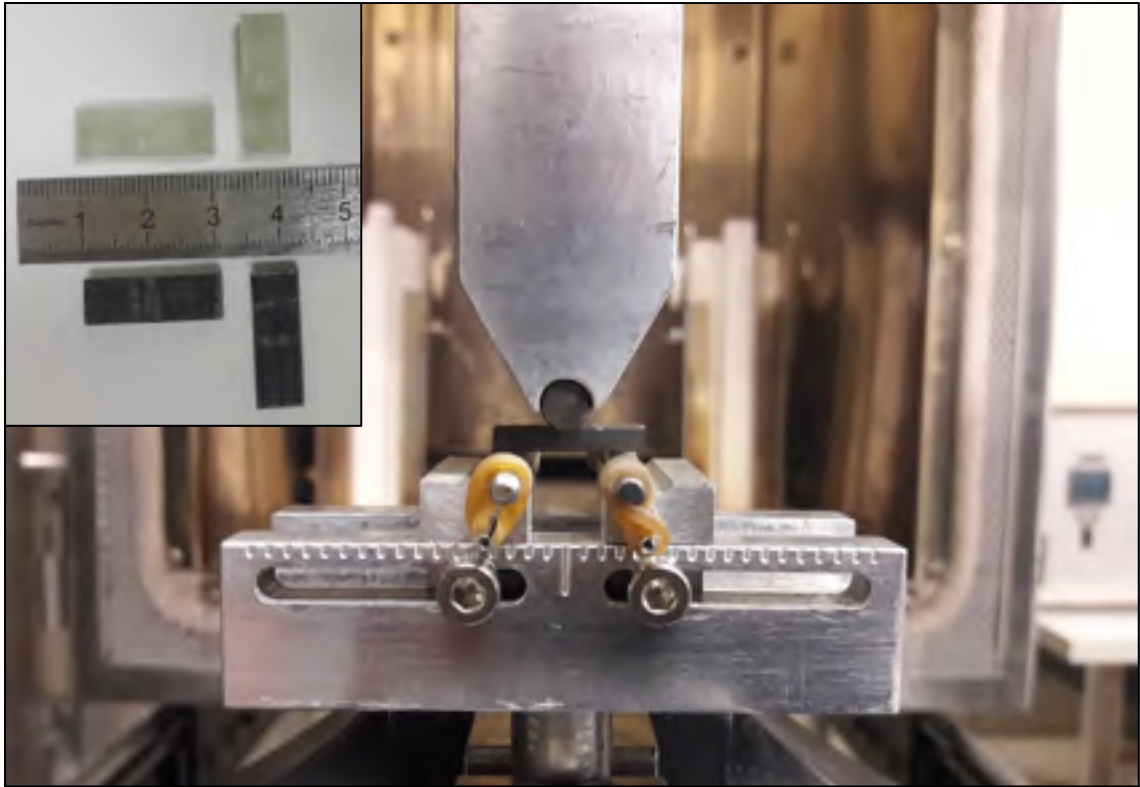


Figure 3.6 Short-beam tests and specimens

3.3 Results and discussion

3.3.1 Cutting forces

The cutting forces were measured in each direction and transmitted by the Kistler dynamometer while machining. To by-pass, the high fluctuation of the raw signal, an average and sample signal was computed (Figure 3.7). Because of the transitional regime and vibrations happening when the tool goes into and comes out of the workpiece, data from the beginning and the end of the tests were not considered for the calculations. To allow a comparison between experiments, the recorded forces were averaged and are presented in Figure 3.8. Even if forces are relatively low, a decrease of 12.4% is noticed on the average feed forces, which drops from 76.3 N for the GFRP with net epoxy to 66.8 N with 1 wt% graphene. Decrease is less perceivable on normal forces. Reducing the cutting forces is desired since it promotes machinability by softening the cutting process. The cutting

mechanism causes damages in FRP machining (Lasri et al., 2009; X. M. Wang & Zhang, 2003) but by reducing forces, chips are more easily removed and do not snatch from the workpiece, fewer damages are hence caused on the surface. Slower tool wear growing can also be obtained because the tool is less solicited.

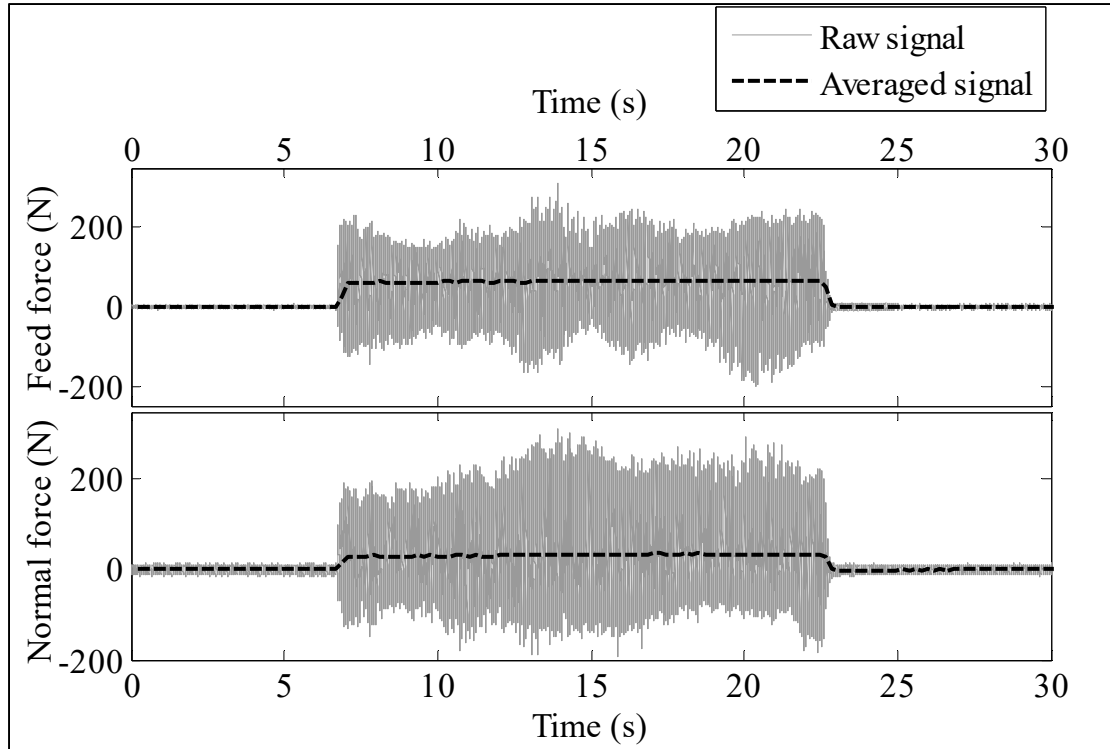


Figure 3.7 Forces signals

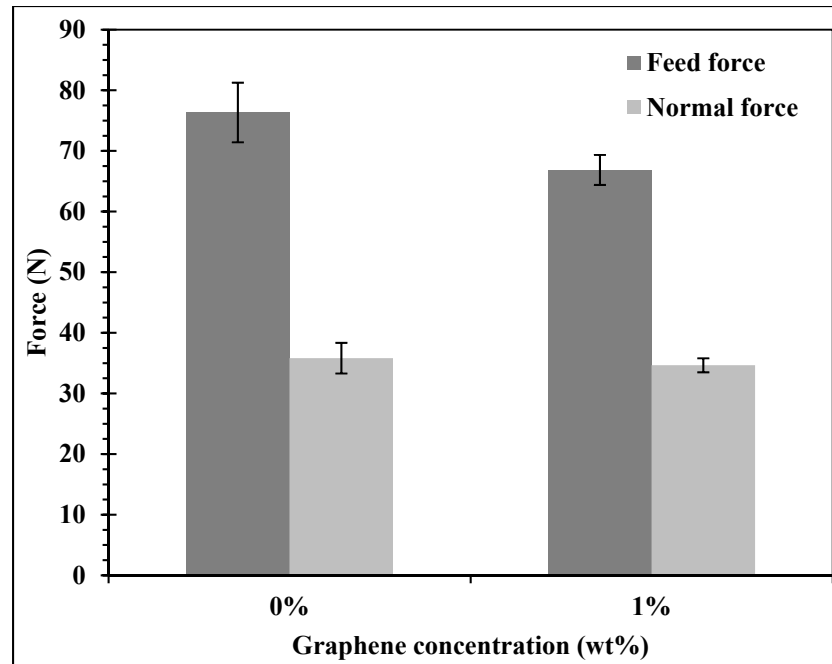


Figure 3.8 Cutting forces

3.3.2 Roughness

Roughness measurements can also indicate improvement on machinability. Figure 3.9 shows the average value of the arithmetic roughness (R_a) for both laminates. As illustrated, a decreased roughness is hence observed for the laminate filled with graphene with an average roughness of $7.3 \mu\text{m}$ against $8.5 \mu\text{m}$ for the reference GFRP. However, the error bars are relatively high and may be a source of confusion. A Student's test was performed on the data. The test allowed accepting the hypothesis that the average roughness is lower in the modified GFRP with a p-value of 0.4%. Low roughness is difficult to obtain with FRP materials, but is highly desired since it generally means a good quality of the machined surface. The current decrease may be fallout of the reduced forces observed previously. Fewer damages are caused on the surface, because the chip separation that occurs is less brutal and occurs nearer the tool cutting edge. Damages caused by the cutting mechanism are hence less deep, decreasing the roughness. This is asserted in Figure 3.10, where streaks having an orientation of 10° (as the tool helix angle) caused by machining are clearly visible on the reference GFRP and lesser with the incorporation of graphene.

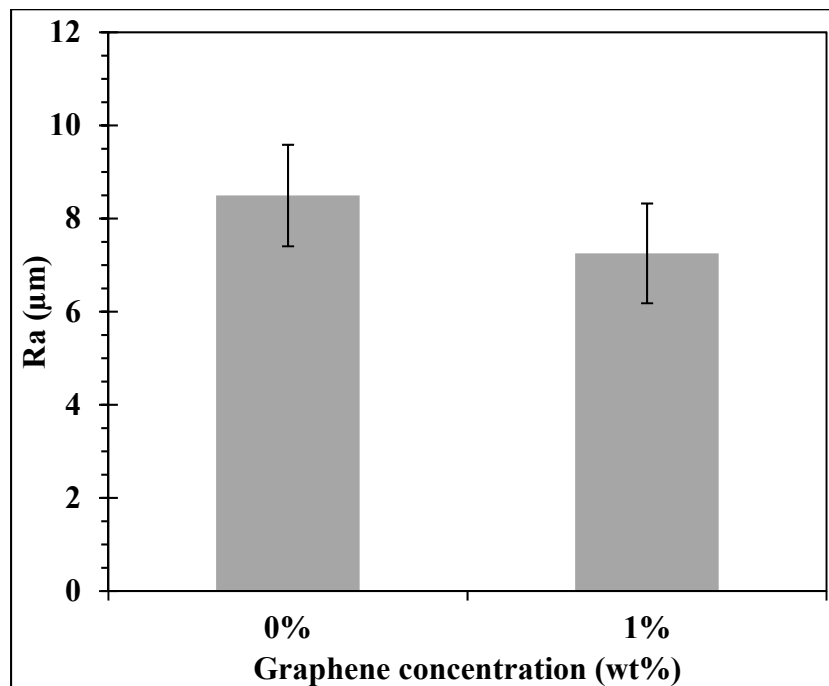


Figure 3.9 Roughness

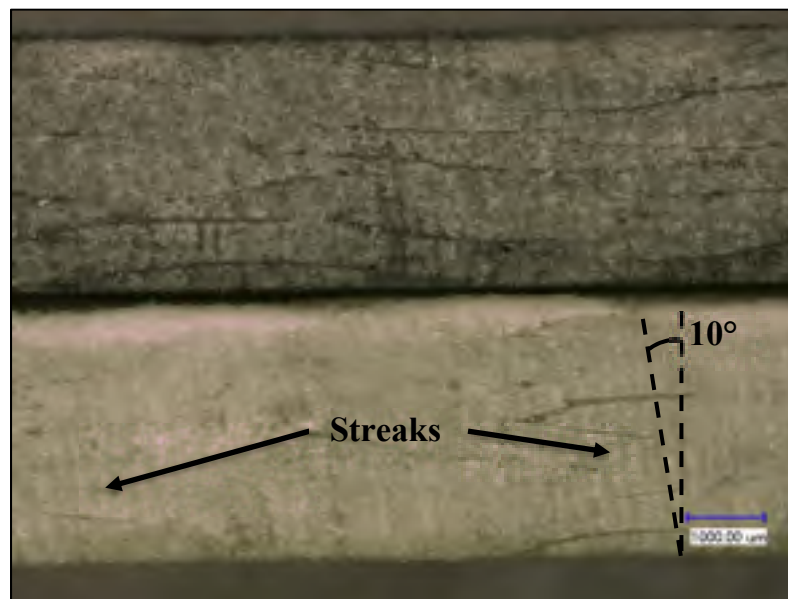


Figure 3.10 Micrograph of machined surface of GFRP with (top) and without (bottom) graphene

3.3.3 Cutting temperatures

Cutting temperatures were recorded using thermocouples and the wireless measurement system during spindle rotation. Figure 3.11 shows the evolution of the temperatures along the 300 mm cutting length. Two curves for each laminate are drawn, since the experiments were repeated for each GFRP material. Once the tool starts to cut, the temperature rises rapidly and seems to converge to a final value, despite a slight lag at the beginning due to the thermocouples thermal response. The length of cut was not long enough to converge and reach a constant value, temperatures then decreased when the tool came out of the laminate. Even with a 300 mm cutting length, conclusions can be drawn. Only 15 seconds of machining is enough to reach temperatures above 160 °C, which exceed the thermal resistance of most epoxies (Bathias & Wolff, 2005; Seymour, 1991). Hence, thermal damages may be inflicted to the matrix.

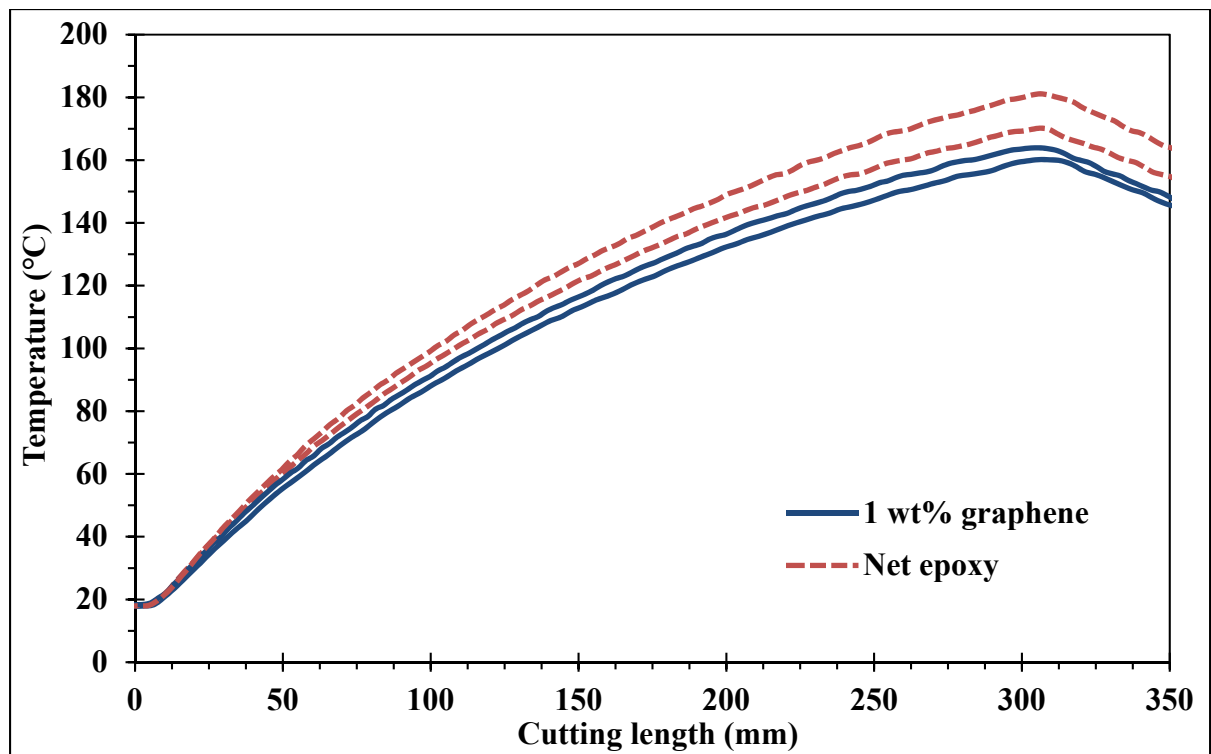


Figure 3.11 Cutting temperature curves

Although all curves have the same trend, they quickly split from each other. For both cutting sequences, the GFRP filled with graphene show lower temperatures than the regular one. It can be asserted that the current temperature drop is only explained by the graphene presence and not by the tool wear occurring during the tests. If graphene had not an effect, the temperature curves would be alternated according to the running order of the machining sequences (Figure 3.3) since a growing tool wear lead to temperature increase, as observed in previous work (Delahaigue et al., 2017). Figure 3.12 shows the maximum temperatures (temperatures at 300 mm) for each laminate. A decrease of 14 °C is observed due to the graphene effects. Because edge trimming is one of the main GFRP machining operations, cutting distances are generally much longer than 300 mm in industry. As seen in Figure 3.11, the more the cutting length is long, the more the temperature difference between samples are high. So, the difference of 14 °C observed here will become much more important in a real manufacturing context. Thus, graphene may allow avoiding exceeding the glass transition temperature during GFRP machining.

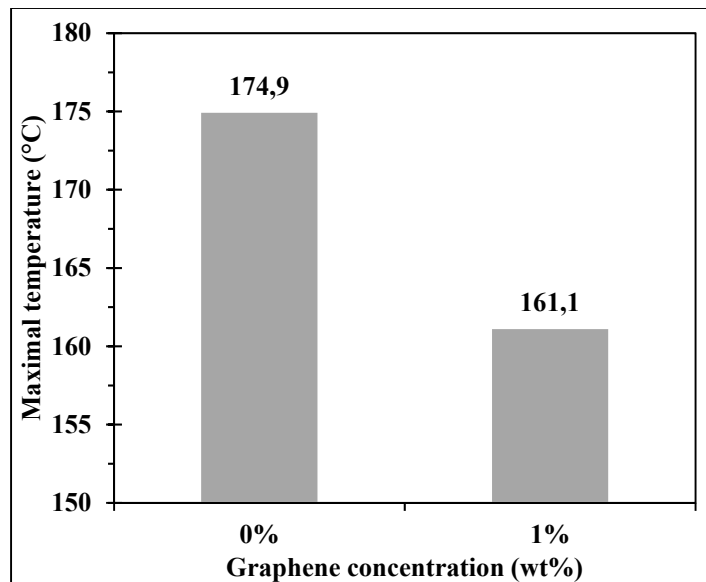


Figure 3.12 Maximal cutting temperatures

As described above, the poor thermal conductivity of FRP restricts the heat evacuation. In this case, the temperature decrease showed in Figure 3.12 may be explained by the

enhancement of the GFRP thermal conductivity. Other researches have shown the capacity of graphene to improve thermal conductivity of polymers (Lentzakis et al., 2017; Zhang et al., 2018). Because the workpiece is more conductive, tool accumulates less heat and remains cooler. The temperature drop may also be related to the cutting forces decrease observed in Figure 3.8. As explained in the introduction, friction is the main source of heat in our case. Less heat is generated, because forces are lower and temperatures are therefore decreased. High temperatures are undesirable in FRP machining since they lead to serious issues, such as high occurrence of thermal damages and shorter tool life. A decrease in cutting temperature can lead to real improvement on the machining process. Further studies should be carried out to investigate deeper the mechanisms happening by graphene addition as well as the effects on tool life and surface integrity over longer cutting lengths.

3.3.4 Interlaminar shear strength

Previous results showed that graphene additive allowed to improve the machinability of GFRP. It is important to make sure that such addition does not impair the mechanical properties of the material. ILSS is a good indicator of the fiber/matrix interaction. The fiber/matrix interaction is relevant for the mechanical properties of composites since it is a critical point for the stress transmission between both phases of the composite (Bergeret & Krawczak, 2006; Madhukar & Drzal, 1991). The average ILSS values of the five specimens are presented in Figure 3.13, no variation is observed between the two materials. This result means that the fiber/matrix interaction is not altered by the presence of graphene.

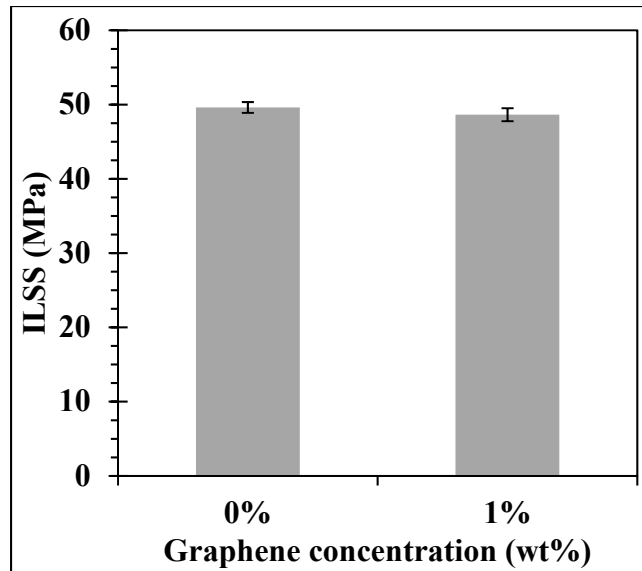


Figure 3.13 Interlaminar shear strength (ILSS)

3.4 Conclusion

The present study aimed to investigate the effects of a graphene filled matrix on GFRP machinability. Unidirectional GFRP made with a graphene filled matrix was machined in order to inspect the fallout on cutting forces, surface roughness and cutting temperatures. Addition of graphene showed to be promising according to the present observations:

- GFRP machining generates enough heat to reach rapidly temperatures high enough to cause thermal damages to the epoxy matrix. A cutting length of 300 mm, produced cutting temperatures exceeding 160 °C.
- As a result of an increased thermal conductivity and lowered cutting forces, the laminate with graphene generates less heat while milling and lead to lower cutting temperatures.
- Cutting forces were lower on the modified laminate and brought a decrease in roughness by making the grooves produced by the chip removal process less deep.
- No deterioration of the interaction between fiber and matrix has been induced by the graphene.

- This research shows that fillers can successfully enhance FRP machining behavior. Adding a few amount (1 wt%) of graphene into the matrix has improved the machinability of the composite material.

Acknowledgments: We sincerely thank Mr. Claude-Daniel Legault, Mr. Nabil Mazeghrane and Mr. Éric Marcoux who provided technical assistance during this research.

CONCLUSION

La présente recherche avait pour but d'étudier la capacité des additifs à améliorer l'usinabilité des composites. Une première étude a été conduite sur des CFRP dont la matrice était chargée de nanoargile, de cire et d'un agent mouillant alors que la deuxième étude portait sur un GFRP incorporé de graphène. Dans ces études, l'usinabilité des matériaux fabriqués a été analysé au travers de la température d'outil, des efforts de coupe et de la qualité de surface. Des tests mécaniques ont également été exécutés afin d'assurer que les matériaux fabriqués préservent des propriétés intéressantes. Au regard des résultats d'expériences présentés précédemment, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- L'aspect thermique doit être considéré avec importance lors de l'usinage des FRP. Malgré l'utilisation d'outil neuf et tranchant, seulement quelques secondes d'usinages sont suffisantes pour atteindre des températures supérieures à celle supportée par la majorité des matrices polymériques.
- Il existe une très forte corrélation entre effort de coupe et température d'outil. Cette corrélation est en accord avec l'hypothèse généralement prise qui stipule que la friction est le principal mode de génération de chaleur lors de l'usinage des FRP.
- Une corrélation importante entre les rigidités en flexion et en traction est remarquée. Celle-ci s'explique par le mode de contrainte en traction/compression qui se produit lors de la flexion.
- L'ajout de cire et d'argile dans la matrice permet de significativement améliorer l'usinabilité des CFRP en réduisant les efforts et les températures de coupe. Une concentration dans la résine de 1% de cire et 2% d'argile constitue la meilleure combinaison trouvée en baissant les efforts d'avance de 37% et les températures de 18 °C.
- Étant donné la corrélation entre température et efforts de coupe. C'est en baissant les efforts de coupe que les additifs contribuent à diminuer les températures.
- L'addition d'additifs dans les CFRP mène à une meilleure usinabilité sans pour autant altérer les propriétés mécaniques. Lors de l'absence d'agent mouillant, une amélioration du cisaillement interlaminaire est remarquée avec 2% d'argile.

- Les températures et efforts de coupe des GFRP sont diminués avec l'apport de graphène dans la matrice. Moins de friction est générée et la chaleur mieux évacuée par le matériau.
- Une rugosité plus faible est observée pour le GFRP avec graphène. Celle-ci s'explique par la baisse des efforts de coupe qui mène à un adoucissement du mécanisme de coupe et à une réduction de la gravité des endommagements.
- Une concentration de 1% de graphène n'engendre pas de détérioration de l'interface fibre/matrice dans les GFRP.
- La grande facilité de mise en œuvre de la cire la rend très intéressante dans l'optique d'intégration dans un contexte industriel réel. La sonication n'étant pas nécessaire, le coût d'incorporation associé reste relativement faible.

En somme, cette étude a permis de démontrer que l'usinabilité des FRP peut être améliorée par l'incorporation d'une petite quantité d'additifs dans la résine. Celles-ci peuvent mener à la réduction des efforts et des températures de coupe ainsi que de la rugosité de surface. Ces améliorations sont apportées sans détériorer les propriétés mécaniques, mais peuvent au contraire les augmenter. Cette conclusion est inédite dans le sens où elle ouvre la voie à des possibilités d'optimisations qui n'ont pas encore été explorées. Par leur faible coût et leur commodité à être intégrés aux procédés de fabrication, l'addition d'additifs dans les FRP présente de réelles opportunités auprès des industriels, dans l'optique de faciliter les opérations d'usinage. Cependant, cette étude devrait être menée plus loin afin d'analyser les retombées concrètes apportées par l'introduction de ces charges.

RECOMMANDATIONS

Ce travail constitue une étude introductive à l'amélioration de l'usinabilité des FRP par l'introduction de charges. Les résultats très concluants obtenus nécessitent néanmoins d'être approfondies. Plusieurs axes de développement sont proposés :

- Il serait intéressant d'identifier d'autres additifs qui pourraient avoir un potentiel menant à l'amélioration de l'usinabilité. Une comparaison avec les présents résultats peut être faite afin de juger de leur pertinence.
- Les tests d'usinage effectués s'étaient limités à une distance de coupe de 300mm. Des tests sur une distance plus importante devraient être effectués afin d'observer les températures maximales atteignables ainsi qu'un éventuel changement de comportement des additifs.
- Il est important d'analyser les retombées réelles de ces améliorations et leur pertinence dans un véritable contexte industriel. Une augmentation de la durée de vie d'outil et une baisse de la fréquence d'apparition des endommagements devraient être des retombées prometteuses.
- Il a été observé que l'incorporation d'additif peut mener indirectement à une légère variabilité des taux de constituant. L'utilisation de procédés plus répétables et limitants la variabilité du taux de fibre devrait être considérée dans les futurs travaux afin de supprimer les éventuels biais apportés.
- Des observations plus poussées des surfaces usinées sont recommandées afin de mieux comprendre l'effet des additifs. L'utilisation de microscope électronique à balayage serait par exemple un atout.
- L'effet des additifs sur la conductivité thermique du matériau pourrait être caractériser afin de valider et comprendre les mécanismes menant à la réduction des températures.
- La considération du cycle de vie des matériaux créés doit être faite dans le choix des additifs.
- Une autre argile organophile ayant une meilleure compatibilité avec les résines utilisées dans les composites devrait être envisagée.

Les matériaux composites possèdent un très grand potentiel et ont révolutionné la conception des pièces structurales. Leur capacité à réduire la masse embarquée s'inscrit complètement dans les enjeux de performance et d'écologie actuelles et explique la popularité exponentiellement croissante de ces matériaux. En clair, l'avenir des FRP est clairement assuré. Ainsi, l'optimisation des procédés associés est un sujet dont la pertinence ne fait aucun doute.

ANNEXE I

VALIDATION DE LA PROCÉDURE DE PYROLYSE

Le principe du test de taux de constituant (détaillé dans la partie 2.2.4) repose sur la détermination de la proportion massique de fibre dans le composite. Pour cela, il est nécessaire d'éliminer entièrement la matrice sans altérer les renforts. La norme ASTM D3171 propose plusieurs procédures pour y parvenir telles que des digestions ou carbonisations de matrice. Généralement, des méthodes de digestion de matrice sont recommandées pour les CFRP, mais ceux-là sont relativement longs, dangereux et compliqués à mettre en œuvre. La procédure G de la norme est donc choisie, il s'agit d'une pyrolyse à une température suffisamment élevée pour détruire la matrice sans endommager les fibres.

Dans le cas des CFRP, le temps et la température de pyrolyse sont importants dans le sens où les fibres de carbone se dégradent à des températures légèrement supérieures à celle nécessaire pour l'époxy. Afin de valider la procédure, un test préliminaire a été effectué, des échantillons contenant des fibres brutes et de la résine seule ont été mis au four à une température de 540°C. Ces échantillons ont été sortis après différents temps de cuisson et leur perte en masse a été mesurée.



Figure-A I-1 Échantillons avant (gauche) et après (droite)

La Figure-A I-2 montre la perte en masse en fonction du temps, après 5 heures de pyrolyse la totalité de la résine est consommée alors que les fibres sont intactes. Une perte en masse de 4% est observée pour les fibres, mais celle-ci correspond en réalité à l'ensimage polymérique qui se consume comme la matrice. Ainsi, ces résultats permettent de valider la procédure de pyrolyse à 540°C pendant 5 heures.

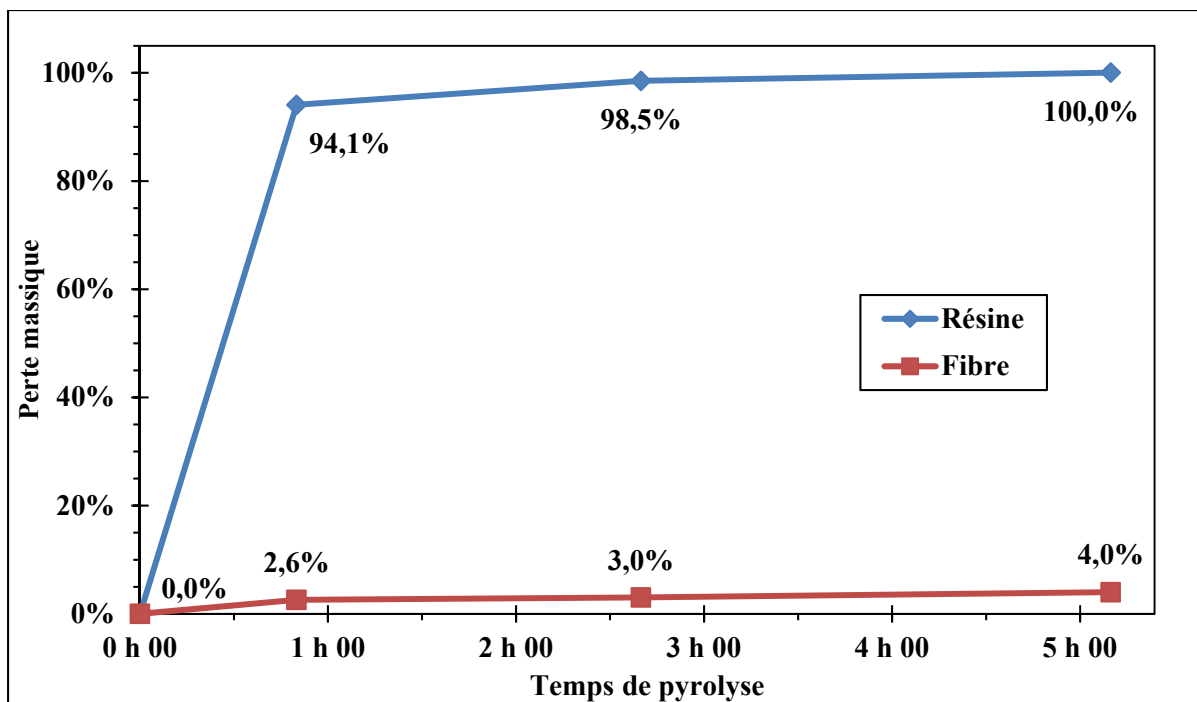


Figure-A I-2 Perte en masse en fonction du temps de pyrolyse

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Aboubakr, S. H., Salas, C., & Reda Taha, M. M. (2015). Low velocity impact strength of CFRP composites incorporating nanoclay. Dans *Proceedings of the American Society for Composites - 30th Technical Conference, ACS 2015*. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84966617032&partnerID=40&md5=d3e93c3d1f6f08f8f7247792452329f5>
- Almerich, A., Fenollosa, E., & Cabrera, I. (2015). GFRP Bar: Determining Tensile Strength with Bending Test. *Advanced Materials Research*, 1083, 90-96. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1083.90. Repéré à <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1083.90>
- Aradhana, R., Mohanty, S., & Nayak, S. K. (2018). High performance epoxy nanocomposite adhesive: Effect of nanofillers on adhesive strength, curing and degradation kinetics. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 84, 238-249. doi: 10.1016/j.ijadhadh.2018.03.013. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85045223097&doi=10.1016%2fj.ijadhadh.2018.03.013&partnerID=40&md5=daa516e25b45d612f4d772f688a2a819>
- Arczewska, P., Polak, M. A., & Penlidis, A. (2019). Relation between tensile strength and modulus of rupture for GFRP reinforcing bars. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 31(2). doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002575. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85056740829&doi=10.1061%2f%28ASCE%29MT.1943-5533.0002575&partnerID=40&md5=fb50ebb3a35f13b95f775e6db0110b72>
- ASTM. (2013). *Standard test methods for density and specific gravity (relative density) of plastics by displacement*. doi: 10.1520/D0792-13
- ASTM. (2015a). *Standard test method for flexural properties of polymer matrix composite materials*. doi: 10.1520/D7264_D7264M-15
- ASTM. (2015b). *Standard test methods for constituent content of composite materials*. doi: 10.1520/D3171-15
- ASTM. (2016). *Standard test method for short-beam strength of polymer matrix composite materials and their laminates*. doi: 10.1520/D2344_D2344M-16
- ASTM. (2017). *Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials*. doi: 10.1520/D3039_D3039M-17

- Azeez, A. A., Rhee, K. Y., Park, S. J., & Hui, D. (2013). Epoxy clay nanocomposites - Processing, properties and applications: A review. *Composites Part B: Engineering*, 45(1), 308-320. doi: 10.1016/j.compositesb.2012.04.012. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84869508456&doi=10.1016%2fj.compositesb.2012.04.012&partnerID=40&md5=f61384e03ba3e853ee61b5b41ac21b86>
- Azmi, A. I., Lin, R. J. T., & Bhattacharyya, D. (2013). Machinability study of glass fibre-reinforced polymer composites during end milling. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 64(1-4), 247-261. doi: 10.1007/s00170-012-4006-6. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84872494419&doi=10.1007%2fs00170-012-4006-6&partnerID=40&md5=7a12338f20792fdaa7c3f4ae6c1748f0>
- Baiquni, M., & Soegijono, B. (2018). Thermal properties and corrosion resistance of organoclay/epoxy resin film. Dans *Journal of Physics: Conference Series* (1 éd., Vol. 985). doi: 10.1088/1742-6596/985/1/012037. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85045677012&doi=10.1088%2f1742-6596%2f985%2f1%2f012037&partnerID=40&md5=2efc11ea3fd05b68689ff775250c8892>
- Balandin, A. A., Ghosh, S., Bao, W., Calizo, I., Teweldebrhan, D., Miao, F., & Lau, C. N. (2008). Superior thermal conductivity of single-layer graphene. *Nano Letters*, 8(3), 902-907. doi: 10.1021/nl0731872. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-42349087225&doi=10.1021%2fnl0731872&partnerID=40&md5=2c09bd561f3ec3df6bc535631c5b46db>
- Bathias, C., & Wolff, C. (2005). *Matériaux composites*. Paris: Dunod.
- Berbain, F., & Chevalier, A. (1997). Mise en œuvre des composites Méthodes et matériels. *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites, base documentaire : TIB474DUO*(ref. article : a3720). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/plasturgie-procedes-specifiques-aux-composites-42474210/mise-en-uvre-des-composites-a3720/>
- Bergeret, A., & Krawczak, P. (2006). Liaison renfort/matrice Définition et caractérisation. *Techniques de l'ingénieur Caractérisation et propriétés d'usage des composites, base documentaire : TIB144DUO*(ref. article : am5305). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/caracterisation-et-proprietes-d-usage-des-composites-42144210/liaison-renfort-matrice-am5305/>
- Berthureau, A., & Dallies, E. (2008). Fibres de verre de renforcement. *Techniques de l'ingénieur Matériaux composites : présentation et renforts, base documentaire : TIB142DUO*(ref. article : am5132). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/materiaux-composites-presentations-et-renforts-42142210/fibres-de-verre-de-renforcement-am5132/>

- Bérubé, S. (2012). *Usinage en détournage de laminés composites carbone/époxy* (Mémoire de maîtrise, École de Technologie supérieure).
- Blomquist, N. (2016). *Large-Scale Nanographite Exfoliation for Low-Cost Metal-Free Supercapacitors*.
- Bouvet, C. (2017). *Mechanics of Aeronautical Composite Materials*: John Wiley & Sons.
- Caramaro, L. (2005). Fibres et fils à usage technique. *Techniques de l'ingénieur Surfaces et structures fonctionnelles, base documentaire : TIB534DUO*(ref. article : n2510). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/textiles-techniques-42655210/fibres-et-fils-a-usage-technique-n2510/>
- Chatain, M. (2001). Matériaux composites : présentation générale. *Techniques de l'ingénieur Matériaux composites : présentation et renforts, base documentaire : TIB142DUO*(ref. article : am5000). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/materiaux-composites-presentation-et-renforts-42142210/materiaux-composites-presentation-generale-am5000/>
- Chatelain, J. F., & Zaghbani, I. (2011). Effect of tool geometry special features on cutting forces of multilayered CFRP laminates. Dans *International Conference on Manufacturing Engineering, Quality and Production Systems, MEQAPS - Proceedings* (pp. 85-90). Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-82155181890&partnerID=40&md5=4128f84937e1b645bed464f56fd59d59>
- Chatelain, J. F., Zaghbani, I., & Monier, J. (2012). Effect of Ply Orientation on Roughness for the Trimming Process of CFRP Laminates. *International Journal of Mechanical, Aerospace, Industrial, Mechatronic and Manufacturing Engineering*, 6, 1515-1522. Repéré à <http://waset.org/publications/1115>
- Chegdani, F., Mezghani, S., & El Mansori, M. (2015). Experimental study of coated tools effects in dry cutting of natural fiber reinforced plastics. *Surface and Coatings Technology*, 284, 264-272. doi: 10.1016/j.surfcoat.2015.06.083. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84939139162&doi=10.1016%2Fj.surfcoat.2015.06.083&partnerID=40&md5=c44d026b79dd45077b5667566942a78e>
- Chhetri, S., Adak, N. C., Samanta, P., Mallisetty, P. K., Murmu, N. C., & Kuila, T. (2018). Interface engineering for the improvement of mechanical and thermal properties of covalent functionalized graphene/epoxy composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 135(15). doi: 10.1002/app.46124. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85038090083&doi=10.1002%2Fapp.46124&partnerID=40&md5=9b24dc84b99ab3dd73b1858b14f4c136>

- Choi, W., Lahiri, I., Seelaboyina, R., & Kang, Y. S. (2010). Synthesis of graphene and its applications: A review. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 35(1), 52-71. doi: 10.1080/10408430903505036. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-77950941174&doi=10.1080%2f10408430903505036&partnerID=40&md5=8df4d33123e394a95c65bc3248273bdc>
- Chowdhury, F. H., Hosur, M. V., & Jeelani, S. (2006). Studies on the flexural and thermomechanical properties of woven carbon/nanoclay-epoxy laminates. *Materials Science and Engineering A*, 421(1-2), 298-306. doi: 10.1016/j.msea.2006.01.074. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-33645916088&doi=10.1016%2fj.msea.2006.01.074&partnerID=40&md5=99b90fbce493e23d0754c24d18333213>
- Davim, J. P. (2010). *Machining composite materials*. London, Angleterre : Hoboken, N.J.: ISTE , John Wiley & Sons.
- Delahaigue, J. (2015). *Influence de la température de coupe sur les propriétés mécaniques en traction uni-axiale d'un composite carbone/époxy et étude de l'usinabilité d'un composite lin/époxy* (Mémoire de maîtrise, École de Technologie supérieure). Repéré à <https://espace.etsmtl.ca/1471/>
- Delahaigue, J., Chatelain, J. F., & Lebrun, G. (2017). Influence of cutting temperature on the tensile strength of a carbon fiber-reinforced polymer. *Fibers*, 5(4). doi: 10.3390/fib5040046. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85040796261&doi=10.3390%2ffib5040046&partnerID=40&md5=6f9163cbdce8f73b55334448be6a5a88>
- Dorigato, A., Pegoretti, A., & Quaresimin, M. (2011). Thermo-mechanical characterization of epoxy/clay nanocomposites as matrices for carbon/nanoclay/epoxy laminates. *Materials Science and Engineering A*, 528(19-20), 6324-6333. doi: 10.1016/j.msea.2011.04.042. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-79957943202&doi=10.1016%2fj.msea.2011.04.042&partnerID=40&md5=3f9de91f5f3336d5a42dfd94d906b1f0>
- Dupupet, G. (2008). Fibres de carbone. *Techniques de l'ingénieur Les grands événements de l'année, base documentaire : TIB625*(ref. article : am5134). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/composites-a-renfort-textile-42656210/fibres-de-carbone-am5134/>
- Geim, A. K. (2009). Graphene: Status and prospects. *Science*, 324(5934), 1530-1534. doi: 10.1126/science.1158877. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-67649225738&doi=10.1126%2fscience.1158877&partnerID=40&md5=fcb871fc88d870a78b0f59127756ff7f>

- Geim, A. K., & Novoselov, K. S. (2007). The rise of graphene. *Nature Materials*, 6(3), 183-191. doi: 10.1038/nmat1849. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-33847690144&doi=10.1038%2fnmat1849&partnerID=40&md5=52085b7b4f38178da9805bc504816a00>
- Ghafari-zadeh, S., Chatelain, J. F., & Lebrun, G. (2016). Finite element analysis of surface milling of carbon fiber-reinforced composites. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 87(1-4), 399-409. doi: 10.1007/s00170-016-8482-y. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84959133111&doi=10.1007%2fs00170-016-8482-y&partnerID=40&md5=5b55af3bdee8eb41107b1f40d04b1c68>
- Ghafari-zadeh, S., Lebrun, G., & Chatelain, J. F. (2016). Experimental investigation of the cutting temperature and surface quality during milling of unidirectional carbon fiber reinforced plastic. *Journal of Composite Materials*, 50(8), 1059-1071. doi: 10.1177/0021998315587131. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84959866033&doi=10.1177%2f0021998315587131&partnerID=40&md5=ddbc888b885b9efed333ab97e3812500>
- Gloaguen, J.-M., & Lefebvre, J.-M. (2007). Nanocomposites polymères/silicates en feuillets. *Techniques de l'ingénieur Nanomatériaux : propriétés, base documentaire : TIB635DUO*(ref. article : nm3050). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/innovation-th10/nanomateriaux-proprietes-42635210/nanocomposites-polymeres-silicates-en-feuillets-nm3050/>
- Govorov, A., Wentzel, D., Miller, S., Kanaan, A., & Sevostianov, I. (2018). Electrical conductivity of epoxy-graphene and epoxy-carbon nanofibers composites subjected to compressive loading. *International Journal of Engineering Science*, 123, 174-180. doi: 10.1016/j.ijengsci.2017.11.014. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85036465703&doi=10.1016%2fj.ijengsci.2017.11.014&partnerID=40&md5=39758f4c4c44690c164286881707d6f5>
- Granta-Design. (2018). CES EduPack (Version 18.1.1): Granta Design Ltd.
- Grimsley, B. W., Cano, R. J., & Loos, A. C. (2006). An experimental investigation of the VARTM infiltration process. Dans *American Society for Composites - 21st Technical Conference of the American Society for Composites 2006* (Vol. 3, pp. 1621-1638). Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84867657169&partnerID=40&md5=7b31aca195df174be6a1bcb133d547c9>
- Grosbois, C. G. R., & Hebuterne, D. (2010). *Brevet FR n° FR 2946551 A1*. Repéré à <https://lens.org/136-204-347-291-086>

- Hamedanianpour, H. (2013). *Effect of tool wear on quality of carbon fiber reinforced polymer laminate during edge trimming* (Mémoire de maîtrise, École de Technologie supérieure).
- Hamedanianpour, H., & Chatelain, J. F. (2013) Effect of tool wear on quality of carbon fiber reinforced polymer laminate during edge trimming. du volume): *Vol. 327. Applied Mechanics and Materials* (pp. 34-39).
- Harada, Y., Kawai, K., Suzuki, T., & Teramoto, T. (2012) Evaluation of cutting process on the tensile and fatigue strength of CFRP composites. du volume): *Vol. 706-709. Materials Science Forum* (pp. 649-654).
- Hintze, W., Hartmann, D., & Schütte, C. (2011). Occurrence and propagation of delamination during the machining of carbon fibre reinforced plastics (CFRPs) - An experimental study. *Composites Science and Technology*, 71(15), 1719-1726. doi: 10.1016/j.compscitech.2011.08.002. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-80054002593&doi=10.1016%2fj.compscitech.2011.08.002&partnerID=40&md5=013b2e019fd5eadbfc58838b209101ef>
- Hodgkinson, J. M. (2000). *Mechanical testing of advanced fibre composites*. Cambridge, Angleterre: Woodhead.
- ISO. (1989). *Essai de durée de vie des outils de fraisage. Partie 2 : fraisage combiné*. ISO 8688-2:1989. Repéré à <https://www.iso.org/standard/16092.html>
- Jang, B. Z. (1994). *Advanced polymer composites*. Materials Park, Ohio: ASM International.
- Joshi, S. V., Drzal, L. T., Mohanty, A. K., & Arora, S. (2004). Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(3), 371-376. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2003.09.016>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X03002951>
- Kamar, N. T., Hossain, M. M., Khomenko, A., Haq, M., Drzal, L. T., & Loos, A. (2015). Interlaminar reinforcement of glass fiber/epoxy composites with graphene nanoplatelets. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 70, 82-92. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.12.010>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X14003935>
- Kanny, K., & Mohan, T. P. (2014). Resin infusion analysis of nanoclay filled glass fiber laminates. *Composites Part B: Engineering*, 58, 328-334. doi: 10.1016/j.compositesb.2013.10.025. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84888586822&doi=10.1016%2fj.compositesb.2013.10.025&partnerID=40&md5=589e581649afbadc672f2520ed1bae08>

- Kedari, V. R., Farah, B. I., & Hsiao, K.-T. (2011). Effects of vacuum pressure, inlet pressure, and mold temperature on the void content, volume fraction of polyester/e-glass fiber composites manufactured with VARTM process. *Journal of Composite Materials*, 45(26), 2727-2742. doi: 10.1177/0021998311415442. Repéré à <https://doi.org/10.1177/0021998311415442>
- Khan, S. U., Munir, A., Hussain, R., & Kim, J. K. (2010). Fatigue damage behaviors of carbon fiber-reinforced epoxy composites containing nanoclay. *Composites Science and Technology*, 70(14), 2077-2085. doi: 10.1016/j.compscitech.2010.08.004. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-77957016970&doi=10.1016%2fj.compscitech.2010.08.004&partnerID=40&md5=24f4960c52e26a8746513b80b637bd41>
- Kim, D.-J., & Lee, K.-Y. (2015). *Brevet US n° US 9120949 B2*. Repéré à <https://lens.org/117-314-540-469-964>
- Kuate-Togue, H. (2019). *Influence des additifs sur l'usinabilité des composites GFRP* (Mémoire de maîtrise, École de Technologie supérieure, Montreal, Canada). Repéré à <https://espace.etsmtl.ca/2340/>
- Kuate-Togue, H., Chatelain, J. F., & Ouellet-Plamondon, C. (2018). Effect of additives on cutting temperature of glass fibers reinforced polymers. Dans *Proceedings of the Canadian Society for Mechanical Engineering International Congress 2018*.
- Kumar, H., Hosur, M. V., & Netravali, A. N. (2010). Characterization of interface properties of clay nanoplatelet-filled epoxy resin and carbon fiber by single fiber composite technique. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 24(1), 217-236. doi: 10.1163/016942409X12538812546956. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-75449117115&doi=10.1163%2f016942409X12538812546956&partnerID=40&md5=3a78fdb9c278fcbd562e1e6976cf1068>
- Lasri, L., Nouari, M., & El Mansori, M. (2009). Modelling of chip separation in machining unidirectional FRP composites by stiffness degradation concept. *Composites Science and Technology*, 69(5), 684-692. doi: 10.1016/j.compscitech.2009.01.004. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-60049098997&doi=10.1016%2fj.compscitech.2009.01.004&partnerID=40&md5=b2e2473eedead37eb9899025ca0acc29>
- Le Borgne, D., & Chalet, J.-B. (2007). *Brevet WO n° WO 2007/048781 A1*. Repéré à <https://lens.org/109-729-282-878-734>
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J. W., & Hone, J. (2008). Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene. *Science*, 321(5887), 385-388. doi: 10.1126/science.1157996. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0->

47749150628&doi=10.1126%2fscience.1157996&partnerID=40&md5=8812acf45735376ec063299a8bcd4ee3

- Lentzakis, H., Moghimian, N., Saeidlou, S., Song, N., Kaydanova, T., Poulin, J., & David, É. (2017). Mechanical, thermal and electrical property enhancement of graphene-polymer nanocomposites. Dans *Annual Technical Conference - ANTEC, Conference Proceedings* (Vol. 2017-May, pp. 2174-2178). Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85038614118&partnerID=40&md5=3059034bc5eb12b4953256af5d2e64c3>
- Loos, A. C. (2001). Low-cost fabrication of advanced polymeric composites by resin infusion processes. *Advanced Composite Materials: The Official Journal of the Japan Society of Composite Materials*, 10(2-3), 99-106. doi: 10.1163/156855101753396573. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-0035709364&doi=10.1163%2f156855101753396573&partnerID=40&md5=fb712f62530203e9dcc8dc0dc9a6dfa8>
- Lutz, J. T. (1989). *Thermoplastic polymer additives : theory and practice*. New York: M. Dekker.
- Madhukar, M. S., & Drzal, L. T. (1991). Fiber-Matrix Adhesion and Its Effect on Composite Mechanical Properties: II. Longitudinal (0°) and Transverse (90°) Tensile and Flexure Behavior of Graphite/Epoxy Composites. *Journal of Composite Materials*, 25(8), 958-991. doi: 10.1177/002199839102500802. Repéré à <https://doi.org/10.1177/002199839102500802>
- Materials Sciences Corporation, U. S. Army Research Laboratory, & American Society for Testing Materials. (1997). *The composite materials handbook-MIL 17*. Lancaster, Pa.: Technomic.
- Mkaddem, A., Ben Soussia, A., & El Mansori, M. (2013). Wear resistance of CVD and PVD multilayer coatings when dry cutting fiber reinforced polymers (FRP). *Wear*, 302(1-2), 946-954. doi: 10.1016/j.wear.2013.03.017. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84879174750&doi=10.1016%2fj.wear.2013.03.017&partnerID=40&md5=00065b7cfbed2307d676ce8c04c4987e>
- Moghimian, N., Saeidlou, S., Lentzakis, H., Rosi, G. F., Song, N., & David, E. (2017). Electrical conductivity of commercial graphene polyethylene nanocomposites. Dans *2017 IEEE 17th International Conference on Nanotechnology, NANO 2017* (pp. 757-761). doi: 10.1109/NANO.2017.8117344. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85041184734&doi=10.1109%2fNANO.2017.8117344&partnerID=40&md5=0479f6e88b0754c48a4a2a5088761fd8>
- Mullier, G., & Chatelain, J. F. (2015). Influence of Thermal Damage on the Mechanical Strength of Trimmed CFRP. *International Journal of Mechanical, Aerospace,*

- Industrial, Mechatronic and Manufacturing Engineering*, 9, 1558-1566. Repéré à <http://waset.org/publications/10002707>
- Narkis, M., Chen, E. J. H., & Pipes, R. B. (1988). Review of methods for characterization of interfacial fiber-matrix interactions. *Polymer Composites*, 9(4), 245-251. doi: 10.1002/pc.750090402. Repéré à <https://doi.org/10.1002/pc.750090402>
- Ning, H., Li, J., Hu, N., Yan, C., Liu, Y., Wu, L., . . . Zhang, J. (2015). Interlaminar mechanical properties of carbon fiber reinforced plastic laminates modified with graphene oxide interleaf. *Carbon*, 91, 224-233. doi: 10.1016/j.carbon.2015.04.054. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84930200871&doi=10.1016%2fj.carbon.2015.04.054&partnerID=40&md5=8993902f4483aebd75f12450661e08fd>
- Nuttens, H. J. C., & Van Haeren, G. (1989). *Brevet US n° US 4820876 A*. Repéré à <https://lens.org/146-470-497-186-85X>
- Oliwa, R., Heneczkowski, M., Oliwa, J., & Oleksy, M. (2017). Mechanical strength of epoxy/organoclay/carbon fiber hybrid composites. *Polimery/Polymers*, 62(9), 658-665. doi: 10.14314/polimery.2017.658. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85027458346&doi=10.14314%2fpolimery.2017.658&partnerID=40&md5=a56b8a7903b63d65c69e6551169365aa>
- Otaigbe, J. U., & McAvoy, J. M. (1998). Gas atomization of polymers. I. Feasibility studies and process development. *Advances in Polymer Technology*, 17(2), 145-160. doi: 10.1002/(SICI)1098-2329(199822)17:2<145::AID-ADV5>3.0.CO;2-T. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-0032095450&doi=10.1002%2f%28SICI%291098-2329%28199822%2917%3a2%3c145%3a%3aAID-ADV5%3e3.0.CO%3b2-T&partnerID=40&md5=e2bac9b5c596aa03290c00a735a28252>
- Pathak, A. K., Borah, M., Gupta, A., Yokozeki, T., & Dhakate, S. R. (2016). Improved mechanical properties of carbon fiber/graphene oxide-epoxy hybrid composites. *Composites Science and Technology*, 135, 28-38. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2016.09.007>. Repéré à <http://www.science-direct.com/science/article/pii/S0266353816303967>
- Peinado, M. (1986). *Le plastique arme : application au materiel tubulaire*. Paris: Technip.
- Prasertsit, K., Madua, U., Innachitra, P., & Keatkhunboot, T. (2016). PE wax microparticle production by external mixing two-fluid nozzle atomization process. *Chiang Mai Journal of Science*, 43(4), 817-823. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84978715647&partnerID=40&md5=76010ca18a3ee78780db326322f8c708>

- Quaresimin, M., Salviato, M., & Zappalorto, M. (2012). Fracture and interlaminar properties of clay-modified epoxies and their glass reinforced laminates. *Engineering Fracture Mechanics*, 81, 80-93. doi: 10.1016/j.engfracmech.2011.10.004. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84856348417&doi=10.1016%2fj.engfracmech.2011.10.004&partnerID=40&md5=ff606091161f78cf09c10393a0b9e320>
- Rydarowski, H., & Koziol, M. (2015). Repeatability of glass fiber reinforced polymer laminate panels manufactured by hand lay-up and vacuum-assisted resin infusion. *Journal of Composite Materials*, 49(5), 573-586. doi: 10.1177/0021998314521259. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84923103723&doi=10.1177%2f0021998314521259&partnerID=40&md5=b95e2b0499711cd715b693ed6b6a9468>
- Sakthivel, T., & Prabu, S. B. (2008). Influence of addition of nanoclay on the mechanical behavior of polymer nanocomposite. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 61(2), 73-76. doi: 10.1007/s12666-008-0003-8. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s12666-008-0003-8>
- Sandvik. (2019). Offre de produits pour l'usinage des composites. Repéré le 11/04/2019 à <https://www.sandvik.coromant.com/fr-fr/products/composite-solutions/Pages/Edge-milling.aspx>
- Sauer, M., & Kuhner, M. (2018). *The global CF and CC Market*. Carbon Composites. Repéré à https://www.carbon-composites.eu/media/3674/eng_ccev-avk_marktbericht_2018.pdf
- Seymour, R. B. (1991). *Reinforced plastics : properties & applications*. Materials Park, Ohio: ASM International. American Society for Metals.
- Sharma, S., & Siginer, D. A. (2010). Vartm process improvement for repeatable and improved mechanical properties of composite laminates. Dans *ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, Proceedings* (PART A éd., Vol. 9, pp. 45-50). doi: 10.1115/IMECE2009-12593. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-77954251024&doi=10.1115%2fIMECE2009-12593&partnerID=40&md5=6fa5d4fdd177bf26c3d361b360a065f8>
- Sheikh-Ahmad, J. Y., Almaskari, F., & Hafeez, F. (2019). Thermal aspects in machining CFRPs: effect of cutter type and cutting parameters. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 100(9-12), 2569-2582. doi: 10.1007/s00170-018-2881-1. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85055553836&doi=10.1007%2fs00170-018-2881-1&partnerID=40&md5=4733c61612e28f34c9f09e8856a8872f>

- Slamani, M., Chatelain, J. F., & Hamedanianpour, H. (2018). Influence of machining parameters on surface quality during high speed edge trimming of carbon fiber reinforced polymers. *International Journal of Material Forming*, 1-23. doi: 10.1007/s12289-018-1419-2. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85048530960&doi=10.1007%2fs12289-018-1419-2&partnerID=40&md5=5f946119aea71c613de1b157130617f0>
- Swanson, S. R. (1997). *Introduction to design and analysis with advanced composite materials*. Upper Saddle River, N.J.: Prentice-Hall.
- Tahir, M. M., Wang, W.-X., & Matsubara, T. (2017). A novel tab for tensile testing of unidirectional thermoplastic composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 32(1), 37-51. doi: 10.1177/0892705717743295. Repéré à <https://doi.org/10.1177/0892705717743295>
- Tcherbi-Narteh, A., Hosur, M., Zainuddin, S., & Jeelani, S. (2010). Compression and flexural response of carbon/epoxy-nanoclay nanocomposites subjected to UV radiation and condensation. Dans *International SAMPE Technical Conference*. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-78651520265&partnerID=40&md5=4e96775825a26e24bb5f42ea450100ae>
- Trent, E. M., & Wright, P. K. (2000). *Metal cutting* (4th ed. éd.). Boston: Butterworth-Heinemann. Repéré à <http://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpMCE00012>
- Turner, J., Scaife, R. J., & El-Dessouky, H. M. (2015). Effect of machining coolant on integrity of CFRP composites. *Advanced Manufacturing: Polymer and Composites Science*, 1(1), 54-60. doi: 10.1179/2055035914Y.0000000008. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-84951868534&doi=10.1179%2f2055035914Y.0000000008&partnerID=40&md5=a680229b07075b78c21e10936024eda3>
- Vryonis, O., Andritsch, T., Vaughan, A. S., & Lewin, P. L. (2016). Improved lightning protection of carbon fiber reinforced polymer wind turbine blades: Epoxy/graphene oxide nanocomposites. Dans *Annual Report - Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, CEIDP* (Vol. 2016-December, pp. 635-638). doi: 10.1109/CEIDP.2016.7785623. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85009788183&doi=10.1109%2fCEIDP.2016.7785623&partnerID=40&md5=b5a54fbfd00a529aa925b688536fa212>
- Wang, B., Duan, Y., Xin, Z., Yao, X., Abliz, D., & Ziegmann, G. (2018). Fabrication of an enriched graphene surface protection of carbon fiber/epoxy composites for lightning strike via a percolating-assisted resin film infusion method. *Composites Science and Technology*, 158, 51-60. doi: 10.1016/j.compscitech.2018.01.047. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85041523027&doi=10.1016%2fj.compscitech.2018.01.047&partnerID=40&md5=249d702e0240f6f8ebc37d11874a62fa>

- Wang, C., Ming, W., An, Q., & Chen, M. (2017). Machinability characteristics evolution of CFRP in a continuum of fiber orientation angles. *Materials and Manufacturing Processes*, 32(9), 1041-1050. doi: 10.1080/10426914.2016.1269915. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85009292335&doi=10.1080%2f10426914.2016.1269915&partnerID=40&md5=80fd2d7eed688a95c44f67d9f0aefebd>
- Wang, D. H., Ramulu, M., & Arola, D. (1995). Orthogonal cutting mechanisms of graphite/epoxy composite. Part I: unidirectional laminate. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 35(12), 1623-1638. doi: 10.1016/0890-6955(95)00014-O. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-58149319893&doi=10.1016%2f0890-6955%2895%2900014-O&partnerID=40&md5=81350ff5af4e81b1633d3062eb0a3238>
- Wang, X. M., & Zhang, L. C. (2003). An experimental investigation into the orthogonal cutting of unidirectional fibre reinforced plastics. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43(10), 1015-1022. doi: 10.1016/S0890-6955(03)00090-7. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-0038241816&doi=10.1016%2fS0890-6955%2803%2900090-7&partnerID=40&md5=0bcdcfb972fd053841ea5b56b3ddc763>
- Xu, J., & El Mansori, M. (2017). Wear characteristics of polycrystalline diamond tools in orthogonal cutting of CFRP/Ti stacks. *Wear*, 376-377, 91-106. doi: 10.1016/j.wear.2016.11.038. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85020004241&doi=10.1016%2fj.wear.2016.11.038&partnerID=40&md5=19312499da6290d7db0f7970f922345d>
- Xu, J., Li, C., Dang, J., El Mansori, M., & Ren, F. (2018). A study on drilling high-strength CFRP laminates: Frictional heat and cutting temperature. *Materials*, 11(12). doi: 10.3390/ma11122366. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85057213445&doi=10.3390%2fma11122366&partnerID=40&md5=cd01f467b9e54584f992e5178c3f08d7>
- Yang, X., Zhan, L., Jiang, C., Zhao, X., & Guan, C. (2018). Effect of random vibration processing on void content in composite laminates. *Polymer Composites*. doi: 10.1002/pc.25156. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85056787304&doi=10.1002%2fpc.25156&partnerID=40&md5=949ca992288300a16fc149289928fe0a>
- Yashiro, T., Ogawa, T., & Sasahara, H. (2013). Temperature measurement of cutting tool and machined surface layer in milling of CFRP. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 70, 63-69. doi: 10.1016/j.ijmachtools.2013.03.009. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0->

84877322378&doi=10.1016%2fj.ijmachtools.2013.03.009&partnerID=40&md5=b78e5c7d02ef3f788e086d34aa37c17b

- Yasmin, A., Luo, J. J., & Daniel, I. M. (2006). Processing of expanded graphite reinforced polymer nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 66(9), 1179-1186. doi: 10.1016/j.compscitech.2005.10.014. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-33646193349&doi=10.1016%2fj.compscitech.2005.10.014&partnerID=40&md5=78de8698e216cdaa3937c5f308f78cf5>
- Zhang, C., Li, T., Song, H., Han, Y., Dong, Y., Wang, Y., & Wang, Q. (2018). Improving the thermal conductivity and mechanical property of epoxy composites by introducing polyhedral oligomeric silsesquioxane-grafted graphene oxide. *Polymer Composites*, 39, E1890-E1899. doi: 10.1002/pc.24868. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-85045745589&doi=10.1002%2fpc.24868&partnerID=40&md5=69f36bbea2fd5ee5a4a20c2011c42886>
- Zhou, Y., Pervin, F., Rangari, V. K., & Jeelani, S. (2007). Influence of montmorillonite clay on the thermal and mechanical properties of conventional carbon fiber reinforced composites. *Journal of Materials Processing Technology*, 191(1-3), 347-351. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.03.059. Repéré à <https://www.scopus.com/inward/record.uri?eid=2-s2.0-34249892174&doi=10.1016%2fj.jmatprotec.2007.03.059&partnerID=40&md5=41a5e9442914bc05115209777edb73db>